Agilent サンプリーク QuEChERS (キャッチャーズ) キット

迅速な前処理に必要な
製品とアプリケーションを
ご紹介

農薬分析のサンプル前処理コストを削減し、省力化を実現する便利なキット

2003 年に、USDA はラボにおける農薬分析のための食品サンプルの前処理を簡略化する新しいメソッドを開発しました。これは QuEChERS (日本では一般的にクエッチャーズと発音されていますが、英語読みでは「キャッチャーズ」と発音します) と呼ばれ、**Qu**ick (高速)、**E**asy (簡単)、**Ch**eap (低価格)、**E**ffective (効果的)、**R**ugged (堅牢)、**S**afe (安全) の頭字語です。QuEChERS を使用すると、さまざまな残留農薬分析のサンプル前処理を従来より簡単な方法で実行できます。

このカタログでは、食品サンプル前処理メソッドと Agilent サンプリーク QuEChERS キットの詳細について紹介します。Agilent サンプリークなら、すぐ分析を開始し、ラボの生産性を向上させることができます。

Our measure is your success.

Agilent Technologies

サンプリーク QuEChERS キットによって QuEChERS メソッドがさらに簡単になり、信頼性が向上します

Agilent サンプリーク QuEChERS キットは、より高い効率と信頼性を実現するように事前にパッケージ化されているため、シンプルで前処理時間の短縮が可能な QuEChERS メソッドを簡単に利用できるようになります。

Agilent サンプリーク QuEChERS キットには、次のような特長があるため、QuEChERS メソッドの利点を活用できます。

推測や計量作業の排除

事前にパッケージ化された抽出キットと分散 SPE キットは、特定の食品の種類とスクリーニングプロトコルに合わせて構成されています。

新しい抽出キット - 最適な結果を得るためにアジレント独自のパッケージ化を実施 (50 mL 遠心分離チューブ付き、なしの 2 種類を用意)

他社のキットとは異なり、Agilent サンプリーク QuEChERS 抽出キットは、事前に計量された塩が防湿パックに入っています。これにより、有機溶媒をサンプルに添加したのちに、塩を適切な時点で添加できます。塩を食品サンプルに直接添加すると、分析対象物の回収率を低下させる可能性のある発熱反応が発生することがあります。

最適な Agilent サンプリーク QuEChERS 分散 SPE キットを簡単に選択可能

現在使用されているさまざまな QuEChERS メソッドで指定されているように、分散 SPE の吸着剤と塩は、1 mL、6 mL、または 8 mL のサンプルに対して 2 mL または 15 mL の遠心分離チューブで提供されます。分析する食品の種類や量に合わせたキットを選択できます。

NEW! セラミック製ホモジナイザ – QuEChERS メソッドの最前線

アジレントは、QuEChERS メソッドのための最先端の製品を提供しています。新製品のセラミック製ホモジナイザを使えば、抽出の所要時間を 60 秒から 20 秒未満に短縮できます。そのため、1 サンプルあたり 70 % も時間を節約できます。

従来のホモジナイズ手法では、サンプルを 1 分間よく振とうする必要がありますが、この手順では振とう方法に一貫性がない場合、回収率が低下しかねません。それに対して、アジレントの新しいセラミック製ホモジナイザを使うと、塩剤とサンプルを混合するために必要な時間を短縮し、分析をスピードアップできます。これにより、一貫したサンプル抽出が可能になり、抽出ステップと分散ステップにおけるサンプルからの生成物回収率が向上します。

また、アジレントのセラミック製ホモジナイザは不活性で、サンプルの一貫性を高める独自の形状をしています。

アジレントの品質管理

アジレントの厳格な品質管理によって、すべての QuEChERS 塩、吸着剤、および消耗品は、不純物がなく、最も正確な結果を生成することが保証されます。

世界規模のテクニカルサポート

アジレントは、サンプリーク QuEChERS キットについても、他の製品と同様、充実したテクニカルサポートを提供しています。

果実および野菜中の残留農薬以外にも対応できる画期的なメソッド

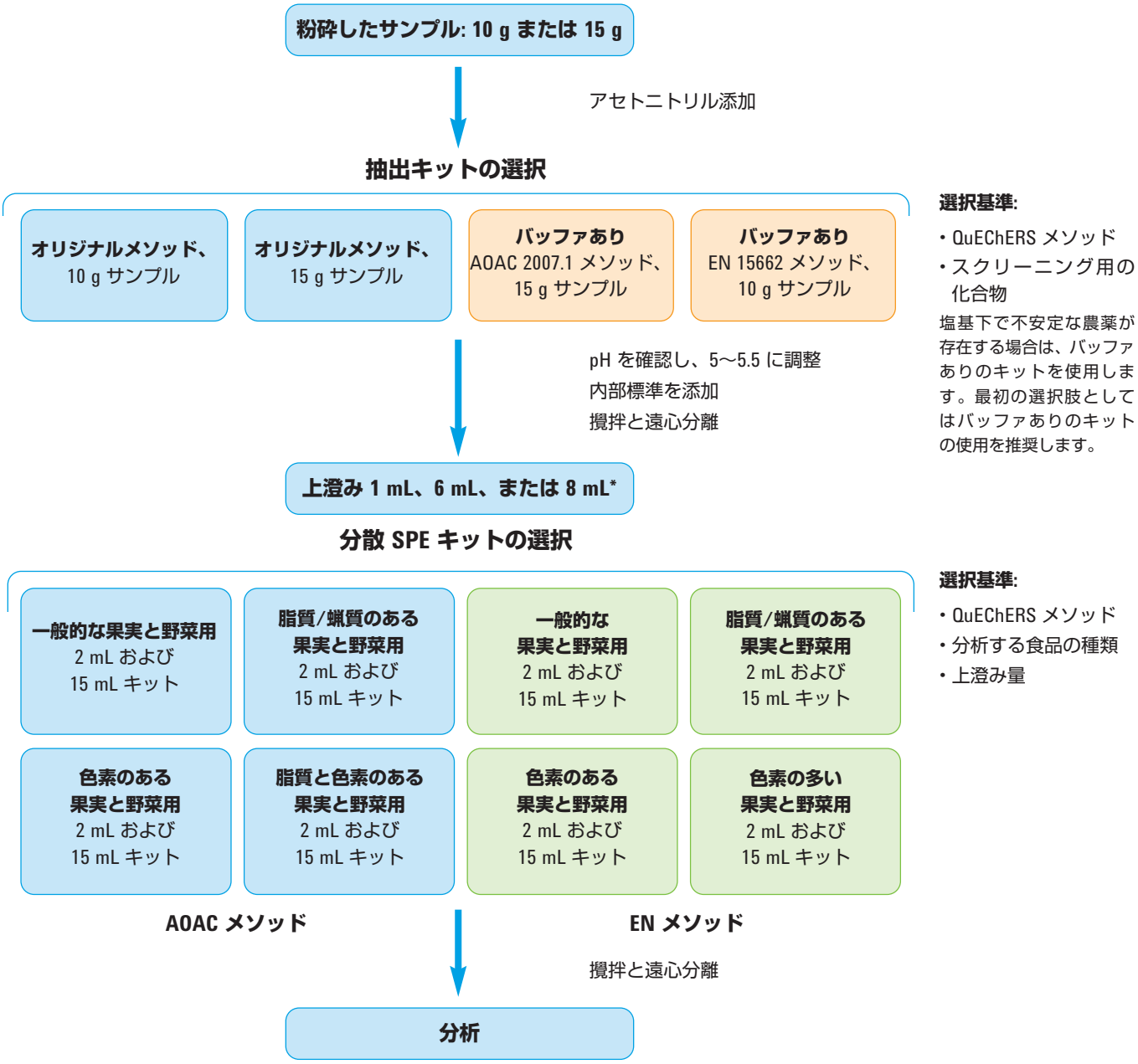
QuEChERS の汎用性の高さは、従来の食品中の残留農薬分析アプリケーション以外の分野にメソッドが適用されていることでも実証されています。新たなアプリケーション分野としては以下のものがあります。

- 動物組織 (腎臓やニワトリの筋肉など) に含まれる動物医薬品の抽出
- 土壌中に含まれる有機化合物の抽出
- 抗生物質、アクリルアミド、全フッ素置換化合物、マイコトキシン、PAH、アルカロイドといった農薬以外の分析対象物の抽出
- 穀物 (大麦や米)、ナッツ類、生地、種子、油 (大豆油、ピーナッツ油、オリーブ油、調理用油)、チョコレート、コーヒー、ベビーフード、タバコ、飲料 (牛乳、ワイン、水) などのマトリックス

QuEChERS は今後も、簡単でさらに適正な結果が得られるサンプル前処理テクニックとして広く用いられ、GC、GC/MS、LC、LC/MS による残留物分析において、サンプル前処理の簡素化に重要な役割を果たしていくことが予想されます。

QuEChERS で推奨される Agilent サンプリーク標準操作手順

どのような果実および野菜サンプルでも、わずか 3 ステップで、複数の化合物を含む残留農薬分析用サンプルの前処理を実施することができます。



選択基準:

- QuEChERS メソッド
- スクリーニング用の化合物

塩基下で不安定な農薬が存在する場合は、バッファありのキットを使用します。最初の選択肢としてはバッファありのキットの使用を推奨します。

選択基準:

- QuEChERS メソッド
- 分析する食品の種類
- 上澄み量

*採集する上澄み液の量はメソッドによって指定されています。この特定量に対してキットを作成しています。酸性基の農薬 (フェノキシアルカノール酸) の場合は、この時点で LC/MS/MS によって直接分析します (分散 SPE ステージは省略します)。これらの酸性基は、分散 SPE ステップの一部である PSA と相互作用します。

www.agilent.com/chem/Quechers で
デモンストレーションビデオ (英語) をご覧ください。

Agilent サンプリーク QuEChERS キットなら、手間なく確実に QuEChERS メソッドを実行できます

ステップ 1: 抽出

溶媒と塩を少量 (10 g または 15 g) の粉砕した果実または野菜サンプルに添加することで、対象の農薬を有機層に抽出できます。ただし、水分の多い食品サンプルを塩に直接添加すると、分析対象物の回収率に影響する可能性のある発熱反応が起こることがあります。

Agilent サンプリークの塩とバッファは、防湿パックに事前パッケージされています。これにより、QuEChERS メソッドで指定されているように、溶媒をサンプルに添加したあとでこれらを添加することができます。

Agilent 抽出キットの内容:

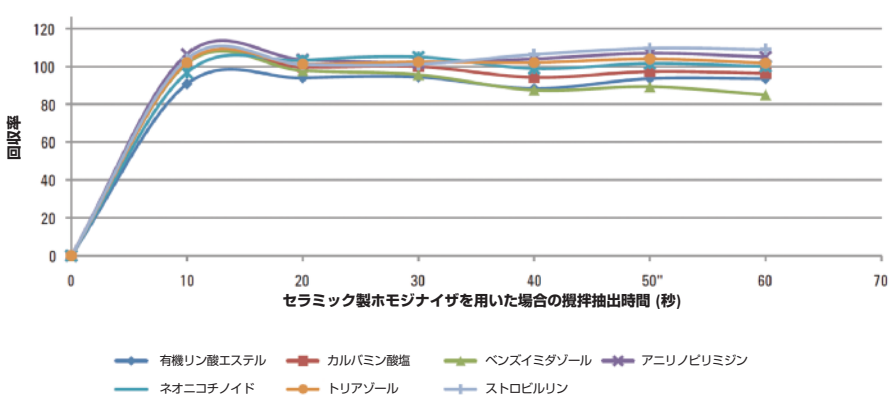
- キャップ付き 50 mL 遠心分離チューブ（遠心チューブなしも選択可能）
- バッファ用の $MgSO_4$、および NaCl またはその他の塩。計量された塩が防湿パックに入っています (詳細は 6 ページの下表を参照)

セラミック製ホモジナイザで攪拌時間を 70 % 短縮します。

セラミック製ホモジナイザの利点

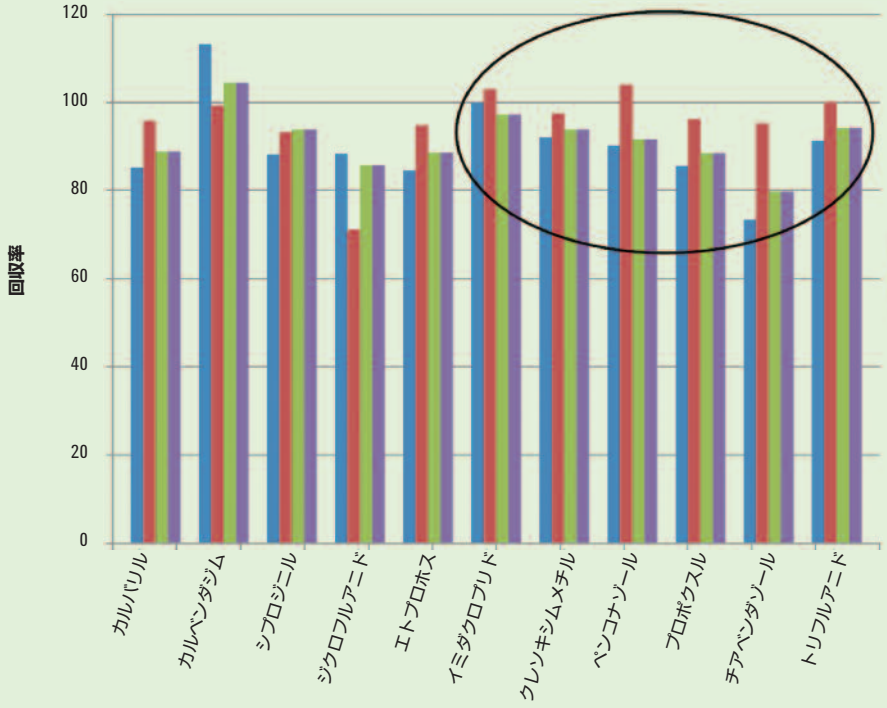
セラミック製ホモジナイザは、ラボの生産性を向上させ、分析結果の信頼性を高めます。以下の特長により、分析対象物の抽出を容易にします。

- **抽出の所要時間を 60 秒から 20 秒未満に短縮。1 サンプルあたり 70 % も時間を節約できます。**
- 3 分の 1 の時間で再現性の高い抽出を維持します。
- オペレータによる結果の違いを最小限に抑えます。
- 塩剤を崩し、ホモジナイズする物質の均質な粉砕を確保します。
- ラボの生産性を向上させ、分析結果の信頼性を高めます。



実験に使用した農薬：アセフェート、カルバリル、カルベンダジム、シプロジニル、イミダクロプリド、イミダゾリル、メタミドホス、ペンコナゾール、プロポクスル、ピメトロジン、チアベンダゾール、チオファネートメチル、エトプロホス、クレソキシムメチル; リンゴマトリックス

セラミック製ホモジナイザの性能:
セラミック製ホモジナイザを用いた場合と用いない場合の QuEChERS メソッドAOAC および ENでの回収率



セラミック製ホモジナイザを用いたメソッドでは、複数の事例で、用いないメソッドよりも回収率が高くなっています。

新製品 QuEChERS セラミックホモジナイザ

アジレントの QuEChERS キットに含まれるセラミックホモジナイザは、バルク購入で利用することもできます。これにより、効率の良いサンプル粉砕が実現します。

内容	ユニット数	部品番号
セラミックホモジナイザ、50 mL チューブ用	100 個	5982-9313
セラミックホモジナイザ、15 mL チューブ用	100 個	5982-9312
セラミックホモジナイザ、2 mL チューブ用	200 個	5982-9311

注意：最適なホモジネーションを行うには、1 チューブあたり 2 つを使用することをお勧めします。

ステップ 1: 抽出 (続き)

サンプル量や使用するメソッドに最適な QuEChERS 抽出キットをお選びいただけます。

QuEChERS 抽出キット (50 mL ポリプロピレン製遠心分離チューブ付き)

内容	1 パックあたり数量	チューブ内容	部品番号	セラミックホモジナイザ付き (100/キット)
バッファあり QuEChERS 抽出チューブ、**AOAC メソッド 2007.01**、15 g サンプルに使用	50	6 g $MgSO_4$、1.5 g 酢酸ナトリウム	5982-5755	5982-5755CH
バッファあり QuEChERS 抽出チューブ、**EN メソッド 15662**、10 g サンプルに使用	50	4 g $MgSO_4$、1 g NaCl, 1 g クエン酸ナトリウム、0.5 g クエン酸二ナトリウムセスキ水和物	5982-5650	5982-5650CH
オリジナル QuEChERS メソッド (バッファなし) 抽出チューブ、10 g サンプルに使用	50	4 g $MgSO_4$、1 g NaCl	5982-5550	5982-5550CH
オリジナル QuEChERS メソッド (バッファなし) 抽出チューブ、15 g サンプルに使用	50	6 g $MgSO_4$、1.5 g NaCl	5982-5555	
アクリルアミド用 QuEChERS 抽出チューブ1*	50	4 g $MgSO_4$、0.5 g NaCl	5982-5850	

* Katerina Mastovaka と Steven J. Lehotay は、QuEChERS の対象範囲を果実と野菜以外に拡大し (1)、これを使用してポテトチップスなどの揚げ物食品に含まれるアクリルアミドを抽出しました。

1) “Rapid Sample Preparation Method for LC-MS/MS or GC-MS Analysis of Acrylamides in Various Food Matrices”, J. Agric. Food Chem, 2006, 54, 7001-7008.

QuEChERS 抽出パケット (50 mL ポリプロピレン製遠心分離チューブなし)

内容	1 キットあたり数量	キット内容	部品番号
QuEChERS 抽出キット、EN	50	4 g $MgSO_4$、1 g NaCl、1 g クエン酸ナトリウム、0.5 g クエン酸二ナトリウムセスキ水和物	5982-6650
QuEChERS 抽出キット、EN	200	4 g $MgSO_4$、1 g NaCl、1 g クエン酸ナトリウム、0.5 g クエン酸二ナトリウムセスキ水和物	5982-7650
QuEChERS 抽出キット、AOAC	50	6 g $MgSO_4$、1.5 g 酢酸ナトリウム	5982-6755
QuEChERS 抽出キット、AOAC	200	6 g $MgSO_4$、1.5 g 酢酸ナトリウム	5982-7755
バッファなし抽出キット			
オリジナル QuEChERS メソッド (バッファなし) 抽出キット、10 g サンプルに使用	50	4 g $MgSO_4$、1 g NaCl	5982-6550
オリジナル QuEChERS メソッド (バッファなし) 抽出キット、15 g サンプルに使用	50	6 g $MgSO_4$、1.5 g NaCl	5982-6555
オリジナル QuEChERS メソッド (バッファなし) 抽出パケット、10 g サンプルに使用	200	4 g $MgSO_4$、1 g NaCl	5982-7550
オリジナル QuEChERS メソッド (バッファなし) 抽出パケット、15 g サンプルに使用	200	6 g $MgSO_4$、1.5 g NaCl	5982-7555

ステップ 2: 分散 SPE クリーンアップ

分析する食品の種類と使用するメソッドに適した分散 SPE キットを選択します。このステップでは、ステップ 1 で抽出したサンプルの上澄み液を、少量の SPE 吸着剤と $MgSO_4$ を含む 2 mL または 15 mL の遠心分離チューブに添加します。吸着剤はサンプルからマトリクス物質を取り除き、$MgSO_4$ は過剰な水分の除去と分析対象物の分離に役立ちます。一部のキットは、セラミックホモジナイザと併せて提供しています (1 チューブあたり 2 つ)。ホモジナイザ付きキットの部品番号は、「CH」で示されています。

	キット	1 パックあたりの数量とサイズ	AOAC 2007.01 メソッド 内容と部品番号	欧州メソッド EN 15662 内容と部品番号
	一般的な果実と野菜用: 極性を持つ有機酸、一部の糖類および脂質を除去	100 本 – 2 mL チューブ	50 mg PSA 150 mg $MgSO_4$ **5982-5022** **5982-5022CH**	25 mg PSA 150 mg $MgSO_4$ **5982-5021** **5982-5021CH**
		50 本 – 15 mL チューブ	400 mg PSA 1200 mg $MgSO_4$ **5982-5058** **5982-5058CH**	150 mg PSA 900 mg $MgSO_4$ **5982-5056** **5982-5056CH**
	脂質と蝋質のある果実と野菜用: 極性を持つ有機酸、一部の糖類、脂質とステロールを除去	100 本 – 2 mL チューブ	50 mg PSA 50 mg C18EC 150 mg $MgSO_4$ **5982-5122** **5982-5122CH**	25 mg PSA 25 mg C18EC 150 mg $MgSO_4$ **5982-5121** **5982-5121CH**
		50 本 – 15 mL チューブ	400 mg PSA 400 mg C18EC 1200 mg $MgSO_4$ **5982-5158** **5982-5158CH**	150 mg PSA 150 mg C18EC 900 mg $MgSO_4$ **5982-5156** **5982-5156CH**
	色素を含む果物と野菜用: 極性を持つ有機酸、一部の糖類および脂質、カロチノイドとクロロフィルを除去。プラナー農薬には使用不可	100 本 – 2 mL チューブ	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg $MgSO_4$ **5982-5222** **5982-5222CH**	25 mg PSA 2.5 mg GCB 150 mg $MgSO_4$ **5982-5221** **5982-5221CH**
		50 本 – 15 mL チューブ	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg $MgSO_4$ **5982-5258**	150 mg PSA 15 mg GCB 900 mg $MgSO_4$ **5982-5256** **5982-5256CH**

PSA = 1 級-2 級アミン
GCB = グラファイトカーボンブラック
C18EC = オクタデシルシラン、エンドキャップあり
CH = セラミックホモジナイザ付き

(注意: このステップでは、AOAC メソッドでは 1 mL または 8 mL の上澄みサンプルを推奨し、EN メソッドについては 1 mL または 6 mL の上澄みサンプルを推奨しています。キットの構成はこれらの仕様に基づいています)

キット仕様は次のページに続きます。

ステップ 2: 分散 SPE クリーンアップ (続き)

	キット	1 パックあたりの数量とサイズ	AOAC 2007.01 メソッド 内容と部品番号	欧州メソッド EN 15662 内容と部品番号
	色素含有量の高い果物と野菜用: 極性を持つ有機酸、一部の糖類と脂質、高レベルのカロチノイドとクロロフィルを除去。プラナー農薬には使用不可	100 本 – 2 mL チューブ		25 mg PSA 7.5 mg GCB 150 mg $MgSO_4$ **5982-5321** **5982-5321CH**
		50 本 – 15 mL チューブ		150 mg PSA 45 mg GCB 900 mg $MgSO_4$ **5982-5356** **5982-5356CH**
	色素および脂質を含む果物と野菜用: 極性を持つ有機酸、一部の糖類および脂質、カロチノイドとクロロフィルを除去。プラナー農薬には使用不可。	100 本 – 2 mL チューブ	50 mg PSA 50 mg GCB 50 mg C18EC 150 mg $MgSO_4$ **5982-5421**	
		50 本 – 15 mL チューブ	400 mg PSA 400 mg GCB 400 mg C18EC 1200 mg $MgSO_4$ **5982-5456**	

	その他の食品用メソッド	1 パックあたりの数量とサイズ	内容と部品番号
	疎水性物質 (脂肪や脂質)、タンパク質といった生物学的マトリックス干渉を除去します。	100 本 – 2 mL チューブ	25 mg C18 150 mg $MgSO_4$ **5982-4921**
		50 本 – 15 mL チューブ	150 mg C18 900 mg $MgSO_4$ **5982-4956**

PSA = 1 級-2 級アミン
GCB = グラファイトカーボンブラック
C18EC = オクタデシルシラン、エンドキャップあり
CH = セラミックホモジナイザ付き

注意: このステップでは、AOAC メソッドについては 1 mL または 8 mL の上澄みサンプルを指定し、EN メソッドについては 1 mL または 6 mL の上澄みサンプルを推奨しています。キットはこれらの仕様に基づいて構成されています)

お客様独自のニーズに合わせてカスタマイズした
QuEChERS キットもご利用いただけます。
担当営業または販売店にお問い合わせください (裏表紙参照)。

食品の種類やメソッド別のサンプリーク QuEChERS 分散キット選択方法

事前にパッケージされたアジレントのサンプリーク QuEChERS 分散 SPE キットは、それぞれの食品タイプに応じた構成になっています。以下の表では、アプリケーションに最適なキットを紹介しています。

種類	品名	一般的な果物と野菜用; EN または AOAC	脂質と蝋質のある果物と野菜用; EN または AOAC	色素を含む果物と野菜用; EN または AOAC	色素含有量の高い果物と野菜用; EN	色素と脂質を含む果実と野菜用; AOAC のみ
主な特徴		軽く色のついたサンプル	1 % 超の脂肪/脂質を含むサンプル	色のついたサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、プラナー農薬以外	強く色のついたサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、プラナー農薬以外	脂質や蝋質を含む色のついたサンプル
果実						
柑橘類	柑橘類のジュース					
	グレープフルーツ					
	レモン/ライム					
	オレンジ					
	オレンジの皮					
	ネクタリン					
	タンジェリン					
梨果	リンゴ					
	干しリンゴ					
	アップルソース					
	アップルジュース					
	西洋ナシ					
	マルメロ					
核果	アンズ					
	干しアンズ					
	アプリコットネクター					
	サクランボ					
	ミラベル					
	ネクタリン					
	モモ					
	干しモモ					
	プラム					
	干しプラム					
小さくて芯のない果実	ブラックベリー					
	ブルーベリー					
	干しブドウ					
	ニワトコの実					
	アカスグリ					
	レッドグレープ					
	グリーングレープ					
	ラズベリー					
	レーズン					
	クランベリー					
	イチゴ					
その他の果実	パイナップル					
	バナナ					
	アボカド					
	オリーブ					
	干しイチジク					
	メロン					
	キウイ					
	マンゴー					
	パパイヤ					

(次ページに続く)

食品の種類やメソッド別のサンプリーク QuEChERS 分散キット選択方法 (続き)

種類	品名	一般的な果物と野菜用; EN または AOAC	脂質と蝋質のある果物と野菜用; EN または AOAC	色素を含む果物と野菜用; EN または AOAC	色素含有量の高い果物と野菜用; EN	色素と脂質を含む果物と野菜; AOAC のみ
主な特徴		軽く色のついたサンプル	1 % 超の脂肪/脂質を含むサンプル	色のついたサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、プラナー農薬以外	強く色のついたサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、プラナー農薬以外	脂質や蝋質を含む色のついたサンプル
野菜						
根菜および塊茎菜	ビート	■				
	ニンジン	■				
	セルリアック	■				
	セイヨウワサビ	■				
	ルートパセリ	■				
	ダイコン	■				
	ブラック・サルシファイ	■				
	ジャガイモ	■				
ネギ科	ニンニク	■	■			
	タマネギ	■	■			
	ニラ	■		■	■	
	ポロねぎ	■				
	エシャロット	■				
	アサツキ			■	■	
結実野菜	ナス	■				
	キュウリ	■				
	シシトウ			■	■	
	トウガラシ			■	■	
	カボチャ			■		
	トマト	■				
	ズッキーニ	■				
キャベツ類	ブロッコリー	■		■		
	芽キャベツ	■				
	カリフラワー	■				
	ハクサイ	■				
	ケール			■	■	
	コールラビ	■				
	赤キャベツ			■		
	サボイ・キャベツ	■				
	白キャベツ	■				
葉菜とハーブ	レタス類	■		■	■	
	エンダイブ			■	■	
	クレソン			■	■	
	ラムレタス			■	■	
	シラントロ			■	■	
	バジル			■	■	
	パセリ			■	■	
	ルッコラ			■	■	
	ホウレンソウ			■	■	
茎菜	アスパラガス	■				
	セロリ	■				
	ポロねぎ	■				
	ダイオウ	■		■		
	チョウセンアザミ	■				
マメ科	マメ、エンドウマメ、レンズマメ (生)	■		■	■	
	マメ、エンドウ、レンズマメ (乾燥)	■				
その他						
穀類	小麦、トウモロコシ、米		■			
	穀粒、穀粉など		■			
茶/コーヒー	コーヒー豆			■	■	
	茶葉			■	■	

その他の QuEChERS 製品

QuEChERS バルク吸着剤および塩

QuEChERS 用に独自にチューブを作成したい場合は、以下の高品質のバルク塩および吸着剤からお選びいただけます。

説明	数量	部品番号	数量	部品番号
硫酸マグネシウム			100 g ボトル	5982-8082
酢酸ナトリウム			100 g ボトル	5982-5751
塩化ナトリウム			100 g ボトル	5982-5750
PSA (1 級-2 級アミン)	25 g ボトル	5982-8382	100 g ボトル	5982-5753
C18EC	25 g ボトル	5982-1382	100 g ボトル	5982-5752
グラファイトカーボンブラック (GCB)	25 g ボトル	5982-4482		
Si-SAX	25 g ボトル	5982-2082		

次の表は、さまざまな食品マトリクスで最適な結果を得るために使用すべき適切な吸着剤、PSA、および $MgSO_4$ の組み合わせに関するガイダンスです。詳細なガイダンスについては、メソッドのドキュメントを参照してください。

果実/野菜の特性	例	推奨される最小抽出量 (mg/mL)			
		$MgSO_4$*	PSA	C18 EC	グラファイトカーボン (GC)
高水分含有	レタス、キュウリ、ブドウ、リンゴ	150 mg	25 mg		
高脂質含有	アボカド、オリーブ、ピーナッツ、オイル	150 mg	25 mg	25 mg	
高クロロフィル、カロチノイド含有	ホウレンソウ、芽キャベツ、アーティチョーク、ニンジン	150 mg	25 mg		低色素は 2.5 mg; 高色素は 10 mg

* 過剰な水分を除去し、相分離を誘導します。

SPE カートリッジ (QuEChERS メソッドの Schenck バリエーション用)

この 2 層 SPE カートリッジは、抽出溶媒から高濃度の色素とステロールを除去する効果があります。Schenck メソッドに基づいており、3:1 アセトン:トルエン混合物を使用すれば、プラナー農薬や極性有機農薬の回収が可能です。

説明	数量	部品番号
サンプリークカーボン/PSA		
250 mg カーボン/500 mg PSA、6 mL	30 個	5982-4567
500 mg カーボン/500 mg PSA、6 mL	30 個	5982-4568
サンプリークカーボン/アミノ		
500 mg カーボン/500 mg アミノ、6 mL	30 個	5982-4569

QuEChERS用標準試薬 (※日本では販売しておりません)

アジレントは分析をより容易にするために、サンプリーク QuEChERS キットに加え、
AOAC や EN といった一般的なメソッドに応じた標準試薬も提供しています。

アジレントの便利な標準試薬には、以下のような利点があります。
•時間を節約し、標準試薬作成の手間を省きます。
•GC 機器と LC 機器の両方で使用できます。
•すぐに QuEChERS 抽出に使用できます。希釈は不要です。

LC および GC 用の独自の農薬標準ミックスや、6 ポイント検量線用標準試薬を提供しているのはアジレントだけです。

説明	部品番号	内容			濃度
HPLC & GC 用内部標準、AOAC メソッド	5190-0502	パラチオン-d10 (ジエチル-d10)			1000 µg/mL
QC 溶液、AOAC メソッド	5190-0503	リン酸トリフェニル			500 µg/mL
HPLC 用内部標準、EN メソッド	5190-0500	Tris (1,3-ジクロロイソプロピル) フォスフェート			100 µg/mL
GC 用内部標準、EN メソッド	5190-0501	(2,2'5,5'-テトラクロロビフェニル) Tris (1,3-ジクロロイソプロピル) フォスフェート			5000 µg/mL
GC 標準試薬用 QC サロゲート、EN メソッド	5190-0499	(2,2',3,4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル)			500 µg/mL
		アントラセン-d10			1000 µg/mL
GC 標準ミックス、EN メソッド	5190-0497	マラチオン クロルピリホス デルタメトリン ブロモプロピラート ディルドリン プロシミドン 4,4' -DDT 硫酸エンドスルファン アルファ-BHC	メチルパラチオン フェニトロチオン クロルピリホスメチル ガンマ-HCH ジスルホトン ヘキサクロロベンゼン エンドスルファン I 4.4'-DDE ベータ-BHC	パラチオン (エチル) ジクロルボス ヘプタクロル アルドリン フェンバレレート ラムダシハロトリン エンドスルファン II 4,4'-DDD	100 µg/mL

説明		内容		濃度 (µg/mL) バイアル 1	バイアル 2	バイアル 3	バイアル 4	バイアル 5	バイアル 6
GC 6 ポイント検量線用テストキット EN メソッド	5190-0496	マラチオン	メチルパラチオン	0.01	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5
		パラチオン (エチル)	クロルピリホス						
		フェニトロチオン	ジクロルボス						
		デルタメトリン	クロルピリホスメチル						
		ヘプタクロル	ブロモプロピラート						
		ガンマ-HCH	アルドリン						
		ディルドリン	ジスルホトン						
		フェンバレレート	プロシミドン						
		4,4'-DDT	エンドスルファン I						
		エンドスルファン II	4.4'-DDE						
		4,4'-DDD	アルファ-BHC						
		ベータ-BHC	硫酸エンドスルファン						
		ラムダシハロトリン	ヘキサクロロベンゼン						
		(2,2', 5,5'-テトラクロロビフェニル)、Tris (1,3-ジクロロイソプロピル) フォスフェート、トリフェニルメタン							

最先端の食品分析における課題を解決するための革新的な手法を紹介しています。
アジレントの最新の食品安全ノートブックは、
www.agilent.com/chem/jp からダウンロードできます。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS キットを用いて前処理を行った リンゴ中の残留農薬の GC/MS 分析 (文献番号 5990-4468EN)

はじめに

このアプリケーションノートでは、簡単で高速、低価格、効果的、堅牢、安全なサンプル前処理メソッドである QuEChERS を用いて、リンゴに含まれる 15 種類の農薬の抽出を検証しています。この測定には、一般的な果実サンプルで検出される可能性のある揮発性および半揮発性農薬で、標準的に検出される濃度を使用しました。この方式のバッファなし QuEChERS 抽出メソッドは、もともとは 2003 年に発表されたものです。測定は、選択イオンモニタリング (SIM) を組み合わせた GC/MS を使用し、濃度 10 ng/g までの農薬で行いました。

機器設定

GCMS 条件

注入ソース:	マニュアル
注入口:	スプリットレス
カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC キャピラリカラム、30 m x 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-433 UI)
キャリアガス:	ヘリウム、コンスタントフローモード
オーブン温度プログラム:	70° C (2 分)～25 °C/min ～150 °C (0 分) ～3 °C/min ～200 °C (0 分)～8 °C/min～280 °C (7 分)
注入量:	1 µL

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM
イオン源、四重極、トランスファーライン温度:	それぞれ 230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間:	4.00 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS バッファなし抽出キット
部品番号 5982-5550

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC分散キット、一般的な果実および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5022

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果実および野菜用、15 mL、部品番号 5982-5058

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC キャピラリカラム、
30 m x 0.25 mm、0.25 µm、部品番号 19091S-433UI

QuEChERS 手順

QuEChERS 抽出手順 (ステップ 1)

均質化したリンゴ 10 g を 50 mL 遠心分離チューブに入れる
↓
スパイクサンプルを添加し、1 分間ボルテックスで攪拌
↓
ACN 10 mL を添加
↓
$MgSO_4$ 4 g および NaCl 1 g (部品番号 5982-5550)
↓
内部標準 50 µL (TPP)
↓
30 秒間ボルテックスする
↓
5,000 rpm で 5 分間遠心分離

QuEChERS 分散 SPE (ステップ 2) および分析

上澄み 1 mL を PSA 50 mg および $MgSO_4$ 150 mg とともに 1.5 mL 遠心分離チューブに入れる (部品番号 5982-5022)
↓
30 秒間ボルテックスする
↓
5 分間遠心分離
↓
0.5 mL をサンプルバイアルに入れる
↓
1.5 µl を GC/MS に注入

図 1:一般的な果実および野菜用の QuEChERS 抽出手順

結果

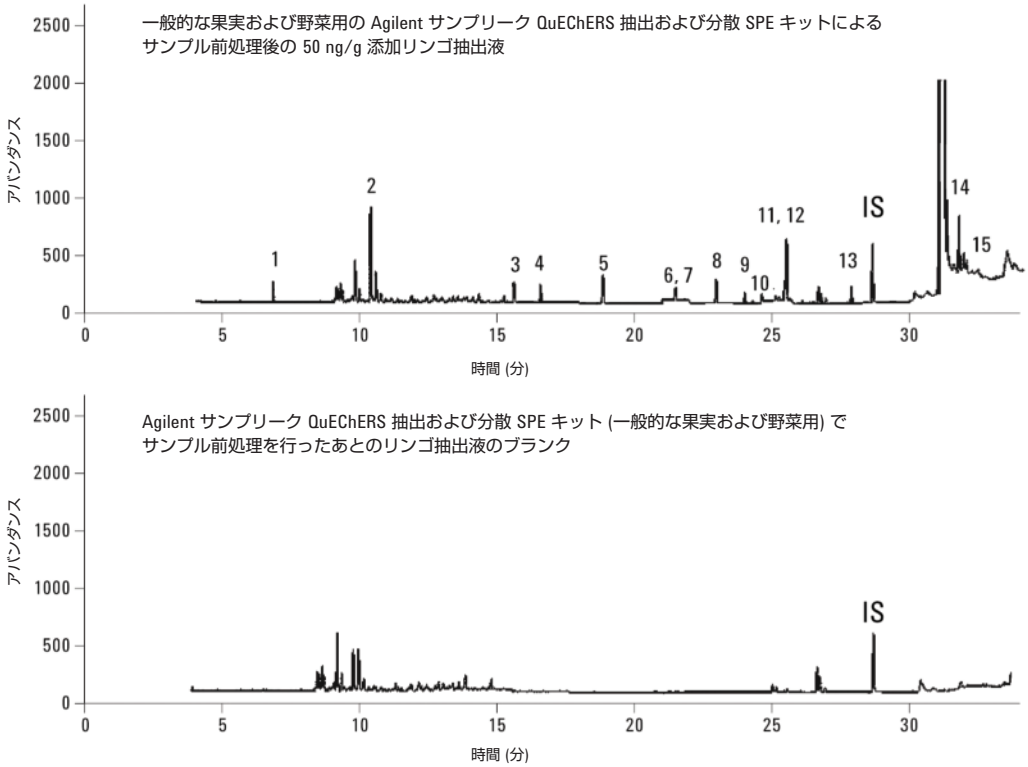


図 2:リンゴ抽出液のブランクと添加リンゴ抽出液の比較

農薬	低 QC 10 ng/g 回収率	RSD	中 QC 50 ng/g 回収率	RSD	高 QC 200 ng/g 回収率	RSD
ジクロルボス	102.8	5.0	96.7	10.8	99.4	2.8
α-フェニルフェノール	92.0	6.1	79.6	6.8	89.5	6.3
リンデン	97.9	2.0	88.5	9.7	92.6	4.2
ダイアジノン	90.5	9.1	98.8	5.5	102.1	4.4
メチルクロルピリホス	88.7	7.1	90.0	4.3	98.5	3.1
クロルピリホス	93.5	6.5	95.6	4.0	100.2	1.2
ジクロロベンゾフェノン	90.3	5.0	89.1	6.4	99.4	0.6
ヘプタクロルエポキシド	87.0	3.2	85.6	5.4	95.4	3.9
γ-クロルデン	92.3	3.5	90.0	6.8	95.9	2.0
α-クロルデン	95.5	4.7	85.8	6.9	93.5	2.6
ディルドリン	99.4	4.2	93.6	5.3	99.9	1.8
DDE	94.5	4.2	87.1	5.7	92.7	1.9
硫酸エンドスルファン	97.8	2.3	90.8	2.8	99.5	2.3
ペルメトリン	100.7	4.8	93.0	3.4	97.6	2.1
クマホス	72.5	4.5	79.6	3.5	96.6	3.0

表 1. オリジナル QuEChERS メソッドを用いたリンゴ中農薬分析の回収率と再現性(n=4)

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem で 5990-4468EN を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS EN キットを用いた LC/MS/MS 検出によるリンゴ中残留農薬の分析 (文献番号 5990-3938EN)

はじめに

このアプリケーションノートでは、欧州委員会基準 (EN) で定められた高速、簡単、低価格、効果的、堅牢、安全な (QuEChERS) サンプル前処理アプローチを用いて、リンゴに含まれる 16 種類の残留農薬を抽出および精製する手法を紹介しています。その後、ポジティブイオンマルチプルリアクションモニタリング (MRM) モードのエレクトロスプレーイオン化タンデム質量分析を組み合わせた液体クロマトグラフィ (LC-ESI-MS/MS) により、リンゴ抽出物中の分析対象農薬を測定しました。

機器設定

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム カラム 3.0 mm x 150 mm、3.5 µm (部品番号 959963-312)
流量:	0.3 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 µL
移動相:	移動相: A: 20:80 メタノール/H_2O 中 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0 B: ACN 内の 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H_2O (0.2% FA.)

グラジエント:

時間	% B	流量 (mL/min)
0	20	0.3
0.5	20	0.3
8.0	100	0.3
10.0	100	0.3
10.01	20	0.5
12.0	100	0.5
13.0	終了	

ポストラン:	4 分
合計サイクルタイム:	17 分

MS 条件

ポジティブモード	
ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 手順

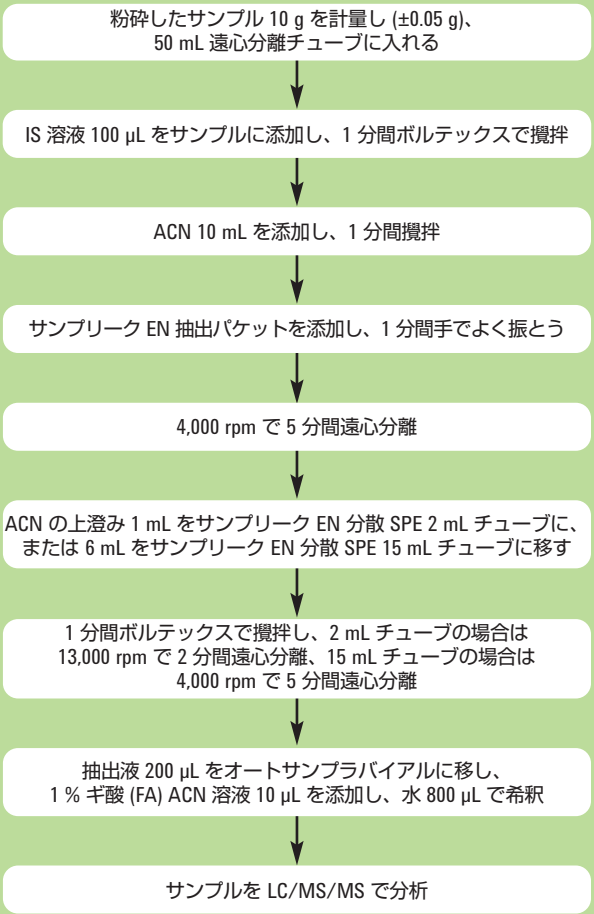


図 1. QuEChERS EN サンプル前処理手順のフローチャート

結果

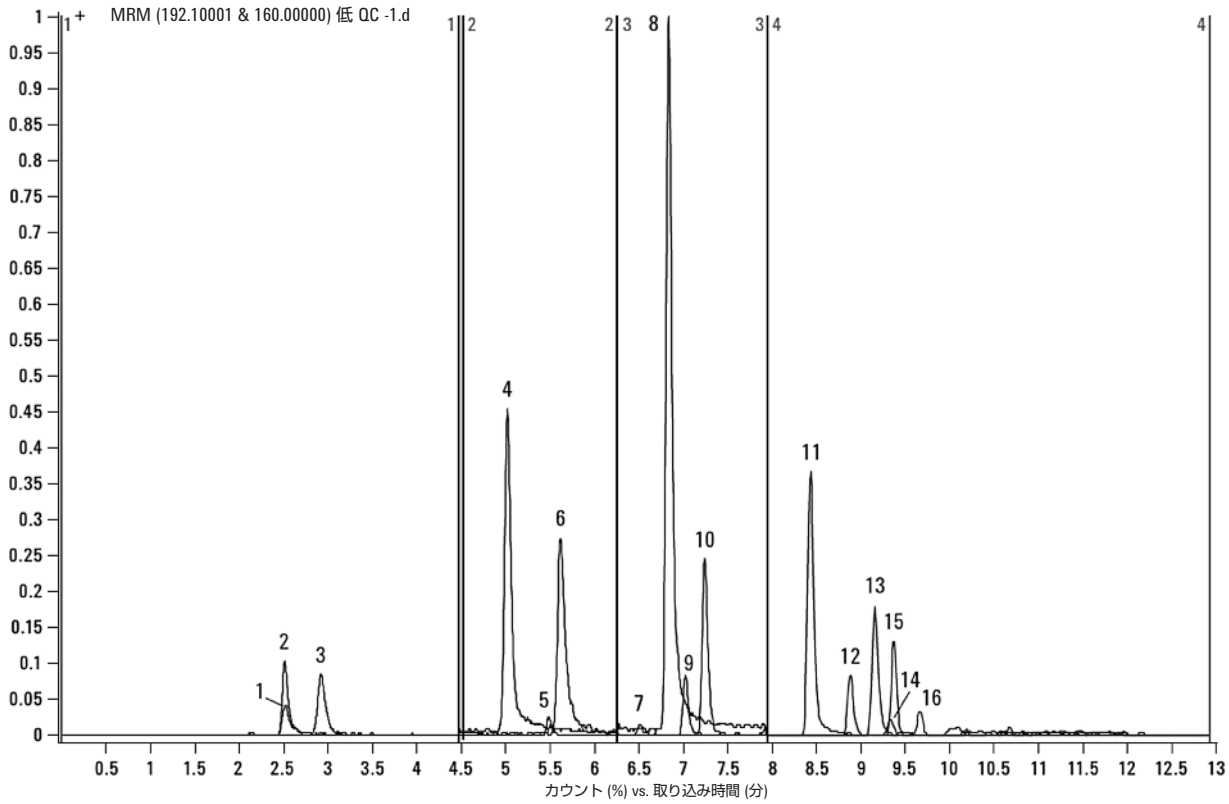


図 2. 10 ng/g 添加リンゴ抽出液のクロマトグラム。ピーク番号: 1. メタミドホス、2. アセフェート、3. ピメトロジン、4. カルベンダジム、5. イミダクロプリド、6. チアベンダゾール、7. ジクロルボス、8. プロポクスル、9. チオファネートメチル、10. カルバリル、11. エトプロホス、12. ペンコナゾール、13. シプロジニル、14. ジクロフルアニド、15. クレソキシムメチル、16. トリフルアニド

アジレントの農薬分析用アナライザおよびアプリケーションキットの詳細については、www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

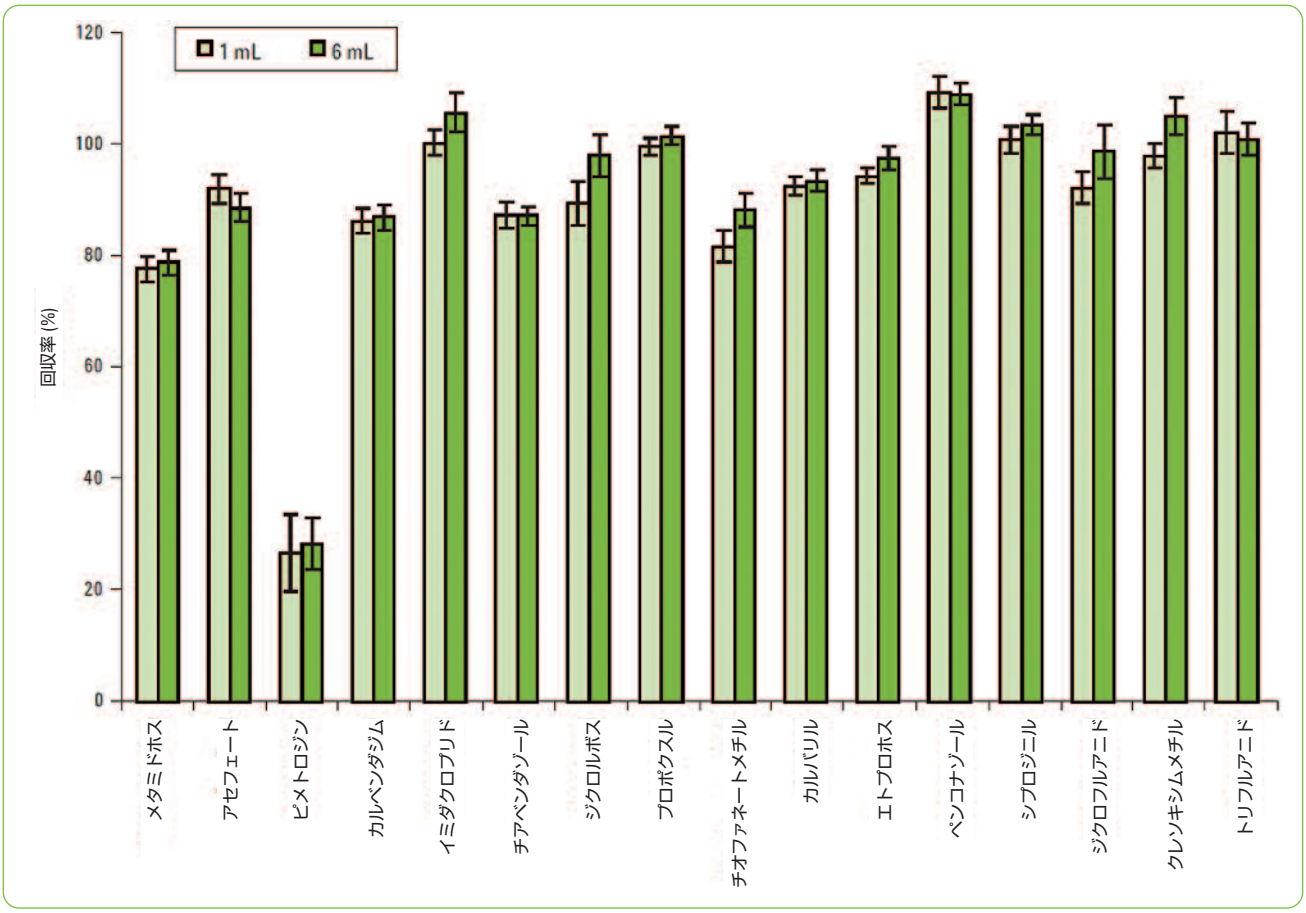


図 3. 1 mL 分散 SPE と 6 mL 分散 SPE の結果の比較

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS EN メソッド抽出キット
部品番号 5982-5650

Agilent サンプリーク QuEChERS EN 分散 SPE キット、一般的な果実および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5021

Agilent サンプリーク QuEChERS EN 分散 SPE キット、一般的な果実および野菜用、15 mL、部品番号 5982-5056

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、3.0 mm x 150 mm、3.5 µm、部品番号 959963-312

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem で 5990-3938EN を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS EN キットを使用した GC/MS によるリンゴ中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4073JAJP)

はじめに

本アプリケーションノートでは、欧州規格 (EN) に記載のあるサンプル前処理法、QuEChERS (quick (迅速)、easy (簡単)、cheap (低価格)、effective (効果的)、rugged (堅牢)、safe (安全)) を使用した、リンゴに残留する GC で分析可能な 17 種類の農薬の抽出と精製について説明します。このメソッドには、水/アセトニトリル系での初期抽出、塩類付加後の抽出/分離ステップ、分散固相抽出 (分散 SPE) を使用した精製ステップが伴います。リンゴ抽出液に含まれる目的の農薬の分析には、選択イオンモニタリング (SIM) モードのガスクロマトグラフィ/質量分析法 (GC/MS) を使用しました。

機器設定

GC 条件

注入口:	スプリットレス
注入口ライナ:	ヘリックスダブルテーパ、不活性処理済み (部品番号 5188-5398)
キャリアガス:	ヘリウム
注入口圧力:	実行時 20.18 psi (コンスタントプレッシャーモード)、バックフラッシュ時 1.0 psi
注入口温度:	250 °C
注入量:	1.0 µL
スプリットベントへのパージ流量:	0.75 分で 30 mL/min
オーブン温度プログラム:	70 °C (1 分) ～50 °C /min～150 °C (0 分)～6 °C/min～200 °C (0 分)～16 °C /min～280 °C (6 分)
ポストラン:	3 分
キャピラリフローテクノロジー:	Purged Ultimate Union (部品番号 G3186B) – 分析カラムと注入口のバックフラッシュに使用
Aux EPC ガス:	Purged Ultimate Union に配管されたヘリウム
Aux EPC 圧力:	実行時 4.0 psi、バックフラッシュ時 80.0 psi
カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、15 m x 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-431UI)
接続部:	注入口と Purged Ultimate Union の間 (部品番号 G3186B)
リストリクタ:	65 cm x 0.15mm x 0.15µm DB-5MS ウルトライナート
接続部:	Purged Ultimate Union と MSD の間

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM (設定の詳細は、5990-4073JAJPを参照してください)
イオン源、四重極、トランスファーライン温度:	それぞれ 230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間:	2.30 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

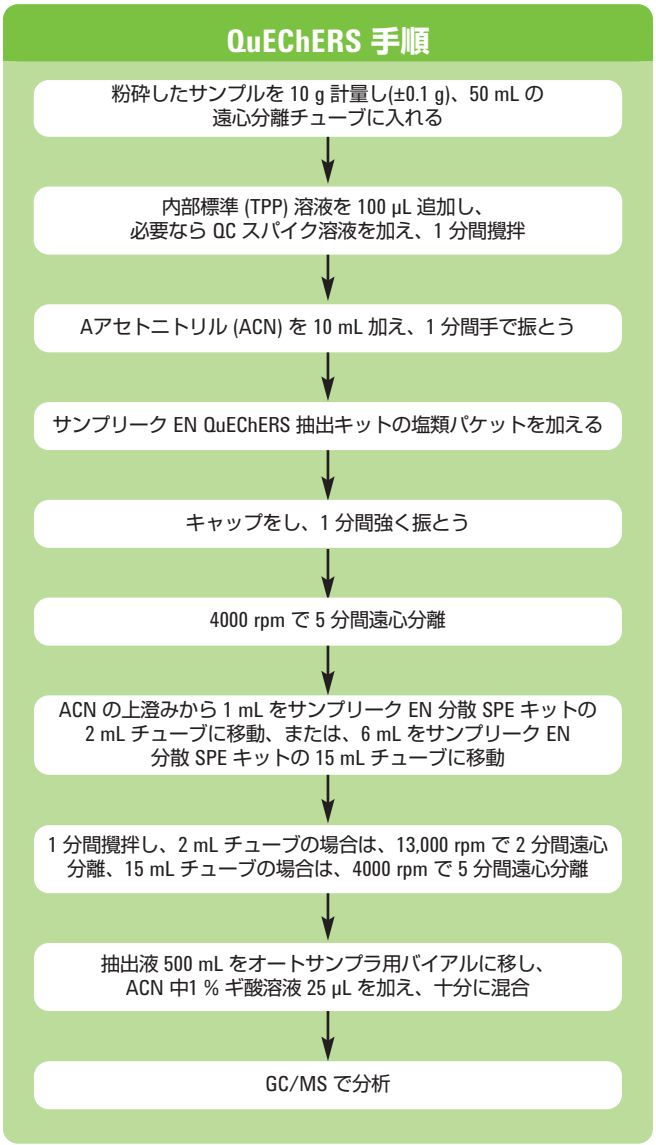


図 1. Agilent サンプリーク QuEChERS EN 抽出作業のフローチャート

結果

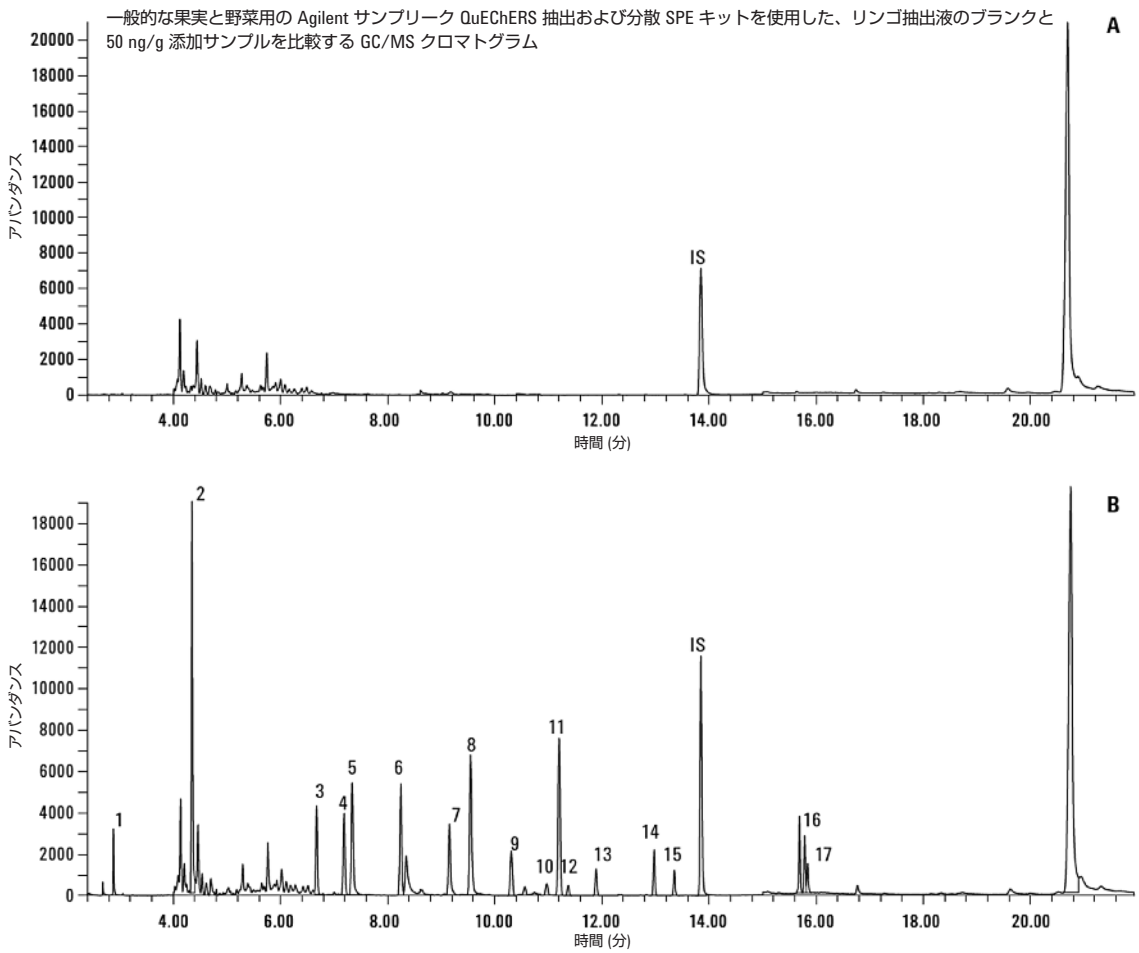


図 2. リンゴ抽出液の GC/MS クロマトグラム (A) リンゴ抽出液のブランク、(B) 50 ng/g 添加リンゴ抽出液。ピーク同定:1. ジクロルボス、2. σ-フェニルフェノール、3. リンデン、4. ダイアジノン、5. クロロタロニル、6. クロルピリホスメチル、7. ジクロフルアニド、8. ジクロロベンゾフェノン、9. ヘプタクロルエポキシド、10. γ-クロルデン、11. DDE、12. α-クロルデン、13. ディルドリン、14. エチオン、15. 硫酸エンドスルファン、16、ペルメスリン、17. クマホス。内部標準: リン酸トリフェニル (TPP)

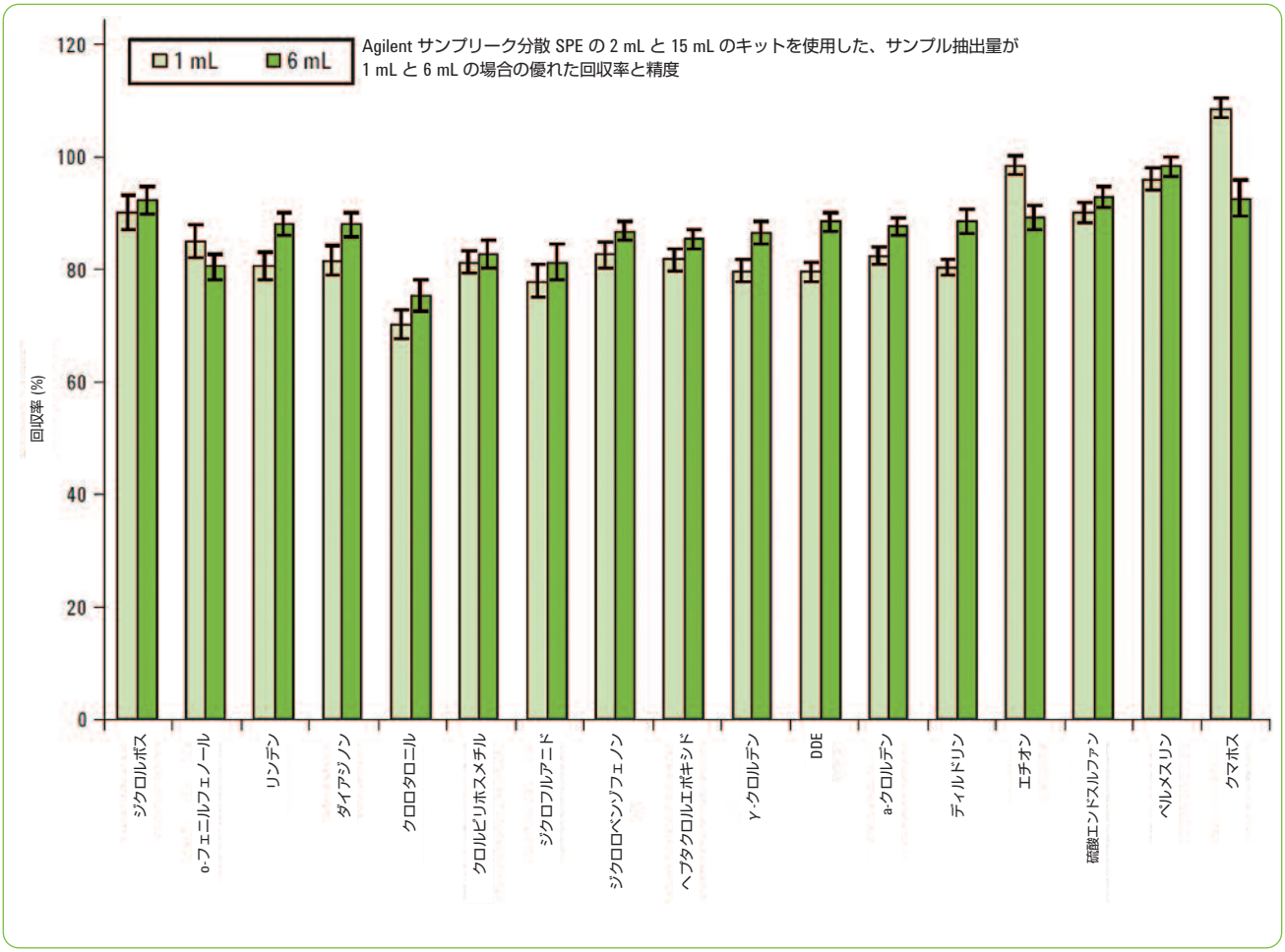


図 3. Agilent サンプリーク分散 SPE の 2 mL と 15 mL のキットを使用した、サンプル抽出量が 1 mL と 6 mL の場合の回収率と精度

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS EN メソッド抽出キット
部品番号 5982-5650

Agilent サンプリーク QuEChERS EN メソッド分散 SPE キット、一般的な果実および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5021、
15 mL、部品番号 5982-5056

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、
15 m x 0.25 mm、0.25 µm、部品番号 19091S-431UI

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem/jp で 5990-4073JAJP を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS EN キットを使用した LC/MS/MS 検出による ホウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4395JAJP)

はじめに

本アプリケーションノートでは、QuEChERS (quick (迅速)、easy (簡単)、cheap (低価格)、effective (効果的)、rugged (堅牢)、safe (安全)) EN サンプル前処理法を使用した、ホウレン草に残留する代表的な 13 種類の農薬の抽出と精製について説明します。ホウレン草は、色素を多く含みますので、グラファイトカーボンブラック (GCB) を 7.5 mg/mL 含む色素の多い果実と野菜用の EN 分散 SPE キットを選択し、ACN 抽出液をこのキットに追加します。ホウレン草抽出液に含まれる標的農薬を、ポジティブイオンマルチプルリアクションモニタリング (MRM) モードのエレクトロスプレーイオン化タンデム質量分析と組み合わせた液体クロマトグラフィ (LC-ESI-MS/MS) により定量しました。

機器設定

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、3.0 x 150 mm、3.5 µm (部品番号 959963-312)
流量:	0.3 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 µL
移動相:	A、20:80 MeOH/H_2O 中 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0 B、ACN 内の 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H_2O w/0.2% FA.

グラジエント:

時間	アセトニトリルの混合比 %	流量 (mL/min)
0	20	0.3
0.5	20	0.3
8.0	100	0.3
10.0	100	0.3
13.0	終了	

ポストラン:	4 分
合計サイクルタイム:	17 分

MS 条件

ポジティブモード	
ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 Psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 手順

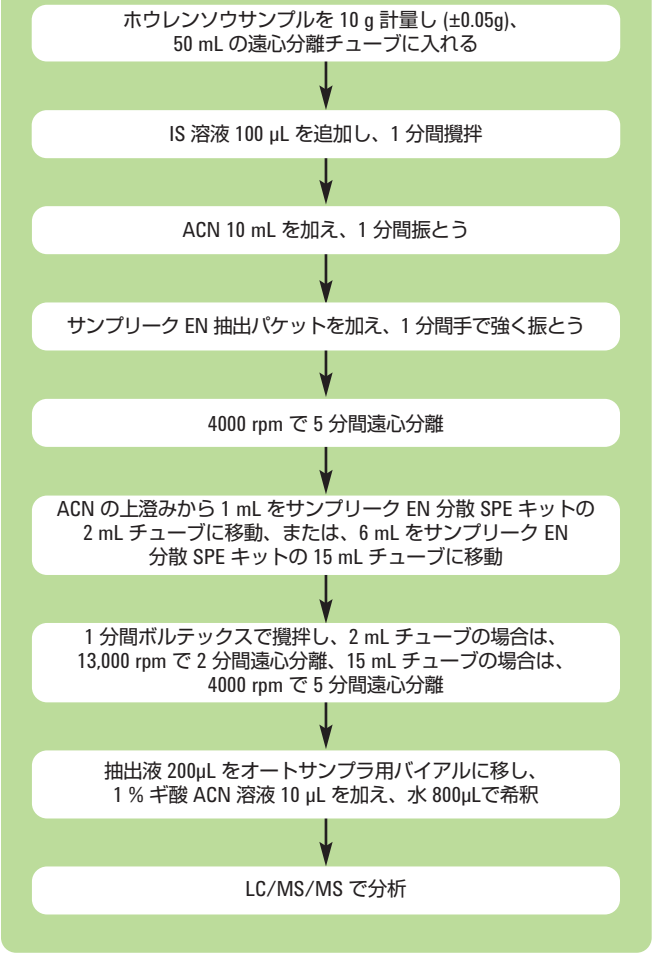


図1. QuEChERS EN サンプル前処理手順のフローチャート

結果

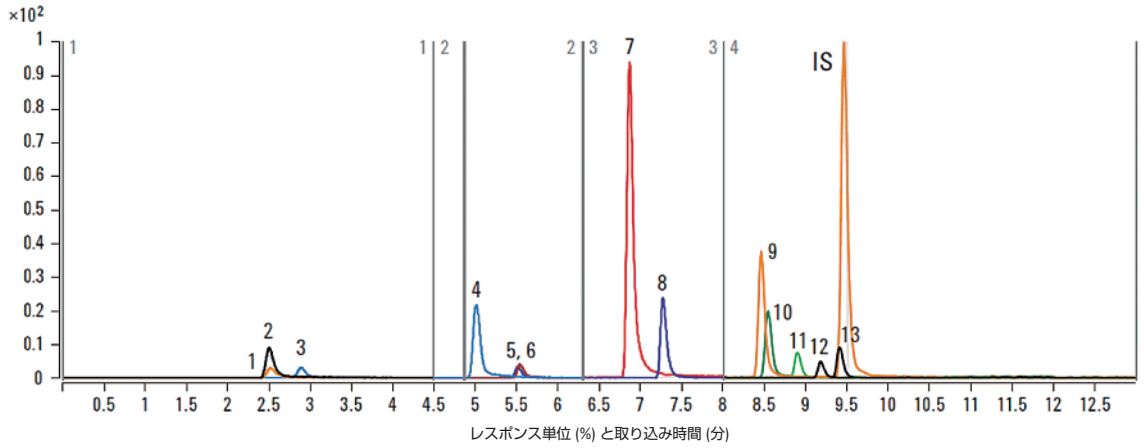


図 2. EN メソッドで処理した 50 ng/g 添加したサンプルの MRM クロマトグラム。ピーク同定:1. メタミドホス、2. アセフェート、3. ピメトロジン、4. カルベンダジム、5. イミダクロプリド、6. チアベンダゾール、7. プロポクスル、8. カルバリル、9. エトプロホス、10. イマザリル、11. ペンコナゾール、12. シプロジニル、13. クレソキシムメチル。IS: 内部標準、TPP

分析対象物	10 ng/g QC 添加 回収率	RSD (n=6)	50 ng/g QC 添加 回収率	RSD (n=6)	200 ng/g QC 添加 回収率	RSD (n=6)
メタミドホス	85.0	8.3	87.7	2.7	95.0	9.4
アセフェート	88.6	5.1	84.6	3.1	94.6	9.3
ピメトロジン*	68.7	3.7	65.7	1.5	71.9	10.8
カルベンダジム*	94.0	5.4	91.4	2.7	53.5 9	.3
イミダクロプリド	102.0	8.9	85.4	6.1	100.1	7.7
チアベンダゾール*	77.2	4.4	77.6	2.4	79.2	9.7
プロポクスル	98.2	5.7	96.3	1.8	93.9	7.2
カルバリル	98.5	3.6	94.0	1.7	97.4	7.2
エトプロホス	102.3	6.0	95.3	1.7	91.0	6.8
イマザリル	88.8	6.4	86.8	2.8	93.5	7.7
ペンコナゾール	104.5	2.5	96.4	2.0	84.6	5.5
シプロジニル*	101.5	4.2	92.2	2.4	86.8	7.6
クレソキシムメチル	99.7	6.1	97.4	1.6	95.3	6.9

* 平面構造を持つ農薬

表 1. 6 mL の分散 SPE チューブ (部品番号 5982-5356) による添加ホウレン草に含まれる農薬の回収率および再現性

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS EN 抽出キット
部品番号 5982-5650

Agilent サンプリーク QuEChERS EN 分散 SPE キット、色素のある果実および野菜用、部品番号 5982-5321 および 5982-5356

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、3.0 x 150 mm、3.5 µm、部品番号 959963-312

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem/jp で 5990-4395JAJP を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC キットを用いた LC/MS/MS 検出によるリンゴ中残留農薬の分析 (文献番号 5990-3937EN)

はじめに

本アプリケーションノートでは、公認分析化学者協会 (AOAC) 公式メソッド 2007.01 で定められた QuEChERS (quick (迅速)、easy (簡単)、cheap (低価格)、effective (効果的)、rugged (堅牢)、safe (安全)) サンプル前処理手法を用いて、リンゴに含まれる 16 種類の残留農薬を抽出および精製する手法を紹介しています。

本アプリケーションノートで得られた 5 ng/g というリンゴ中農薬の定量下限 (LOQ) は、最大残留限界値 (MRL) を大きく下回っています。回収実験の添加量は、10、50、200 ng/g でした。平均回収率は 76～117 % (平均 95.4 %) で、RSD は 15 % を下回りました (平均 4.3 %)。

機器設定

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム 3.0 mm x 150 mm、3.5 µm (部品番号 959963-312)
流量:	0.3 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 µL
移動相:A:	5 mM NH_4OAc、20:80 MeOH/H_2O で pH 5.0
	B: 5 mM NH_4OAc、ACN 中で pH 5.0
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H_2O (0.2% FA)

グラジエント:

時間	% B	流量 (mL/min)
0	20	0.3
0.5	20	0.3
8.0	100	0.3
10.0	100	0.3
10.01	20	0.5
12.0	100	0.5
13.0	終了	

ポストラン:	4 分
合計サイクルタイム:	17 分

MS 条件

ポジティブモード	
ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 手順

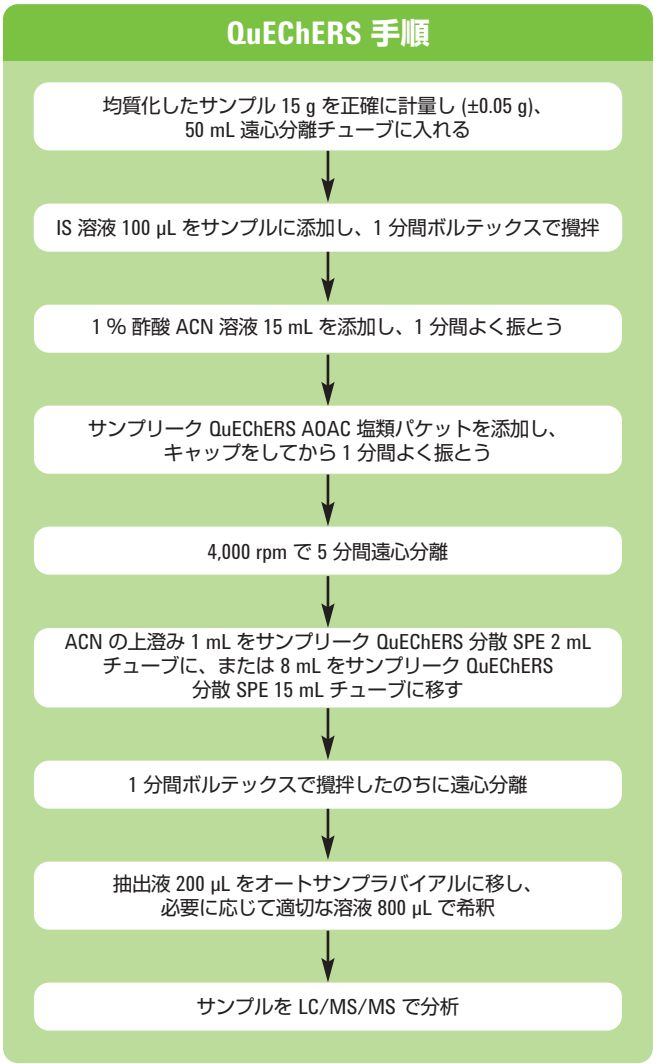


図 1. QuEChERS AOAC サンプル前処理手順のフローチャート

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット
部品番号 5982-5755

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果実および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5022

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果実および野菜用、15 mL、部品番号 5982-5058

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、3.0 mm x 150 mm、3.5 µm、
部品番号 959963-312

結果

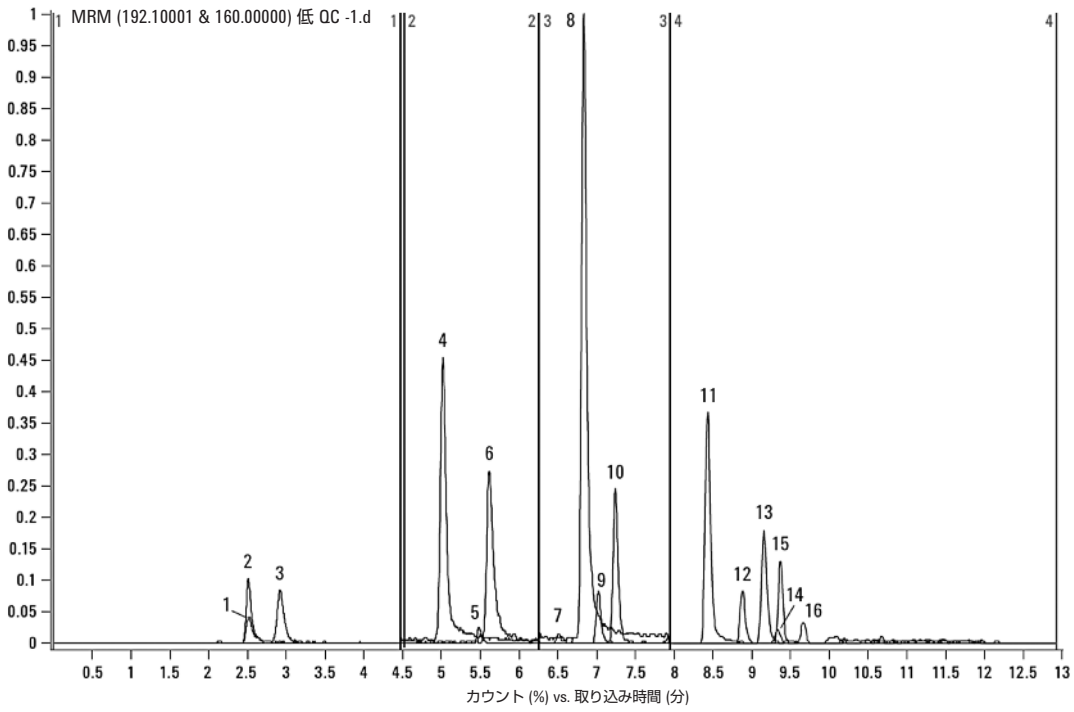


図 2. 10 ng/g 添加リンゴ抽出液のクロマトグラム。ピーク番号: 1. メタミドホス、2. アセフェート、3. ピメトロジン、4. カルベンダジム、5. イミダクロプリド、6. チアベンダゾール、7. ジクロルボス、8. プロポクスル、9. チオファネートメチル、10. カルバリル、11. エトプロホス、12. ペンコナゾール、13. シプロジニル、14. ジクロフルアニド、15. クレソキシムメチル、16. トリフルアニド

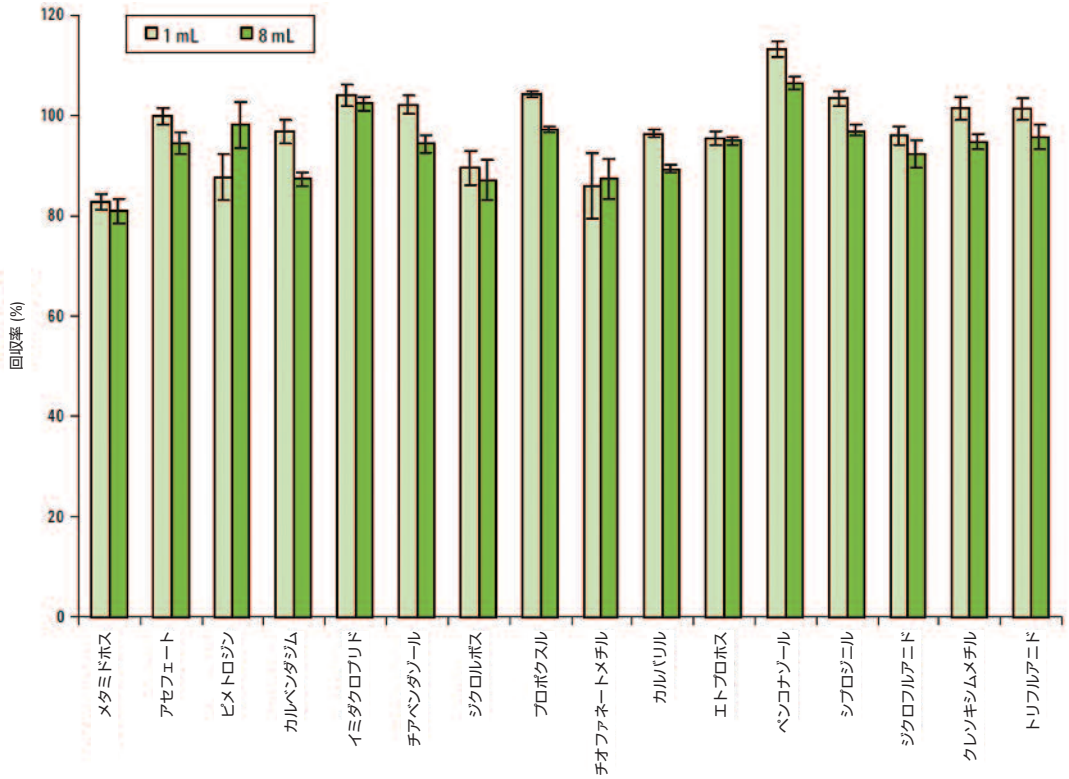


表 1. 1 mL 分散 SPE と 8 mL 分散 SPE の結果の比較

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem で 5990-3937EN を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC キットを使用した GC/MS によるリンゴ中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4068JAJP)

はじめに

本アプリケーションノートでは、QuEChERS (quick (迅速)、easy (簡単)、cheap (低価格)、effective (効果的)、rugged (堅牢)、safe (安全)) サンプル前処理法を使用した、リンゴに残留する GC で分析可能な 17 種類の農薬の抽出と精製について説明します。リンゴ抽出液に含まれる標的の農薬の分析には、選択イオンモニタリング (SIM) モードのガスクロマトグラフィ/質量分析法 (GC/MS) を使用しました。

機器設定

GC 条件

オートサンプラ:	Agilent 7683 オートサンプラ
注入口:	スプリットレス
カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム 30 m x 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-433UI)
キャリアガス:	ヘリウム、コンスタントプレッシャーモード
リテンションタイムロッキング:	クロルピリホスメチルを 16.596 分にロック (標準カラムヘッド圧力= 22.0 psi)
オーブン温度プログラム:	70 °C (2 分) ～25 °C /min ～150 °C (0 分)～3 °C /min ～200 °C (0 分) ～8 °C /min ～280 °C (11.5 分)
注入量:	1.0 µL

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM (設定の詳細は、5990-4068JAJP を参照してください)
イオン源、四重極、トランスファーライン温度:	それぞれ 230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間:	3.00 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

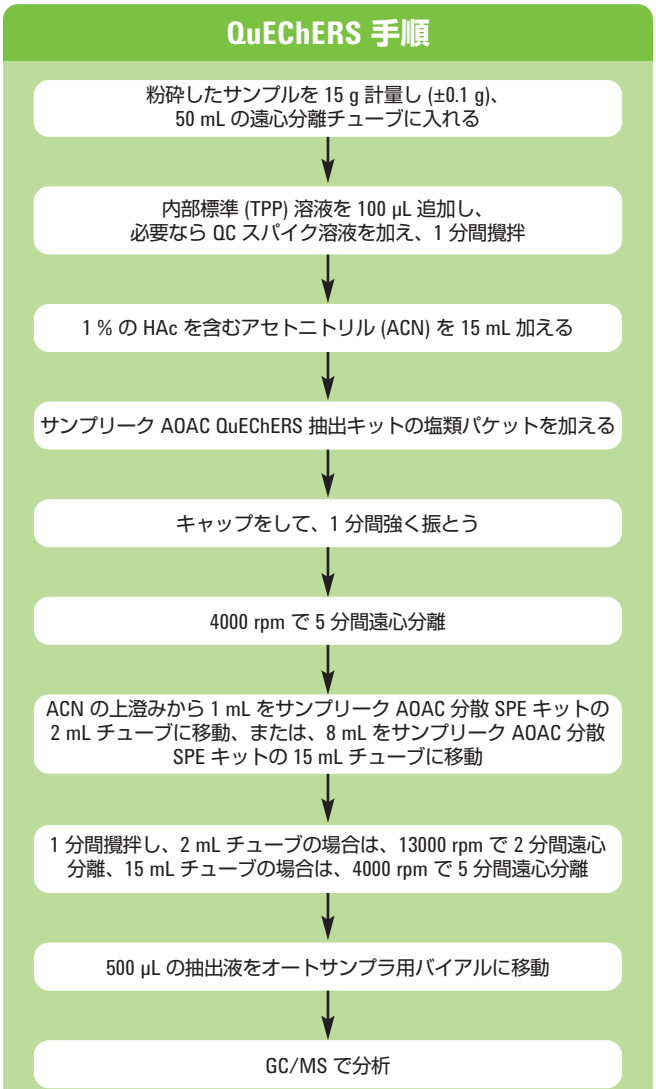


図 1. Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 抽出作業のフローチャート

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット 部品番号 5982-5755

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果実および野菜用、 2 mL、部品番号 5982-5022

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果実および野菜用、 15 mL、部品番号 5982-5058

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、
30 m x 0.25 mm、0.25 µm、部品番号 19091S-433UI

結果

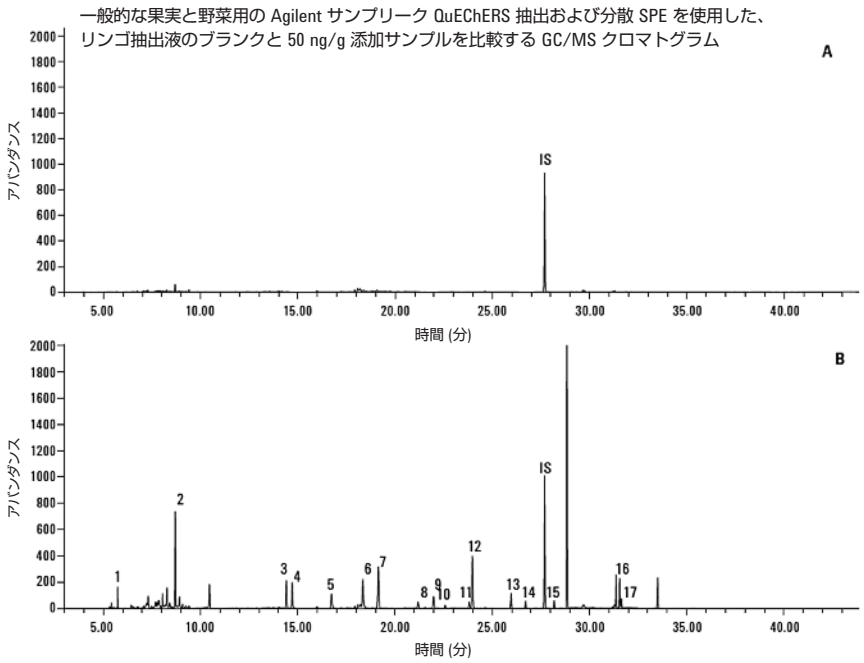


図 2. リンゴ抽出液の GC/MS クロマトグラム。(A) リンゴ抽出液のブランク、(B) 50 ng/g 添加リンゴ抽出液。ピーク同定:1. ジクロルボス、2. σ-フェニルフェノール、3. ダイアジノン、4. クロロタロニル、5. カルバリル、6. ジクロフルアニド、7. ジクロロベンゾフェノン、8. フォルペット、9. α-クロルデン、10. エンドスルファン、11. ディルドリン、12. DDE、13. エチオン、14. 硫酸エンドスルファン、15. エンドリンケトン、16. ベルメスリン、17. クマホス。内部標準: リン酸トリフェニル (TPP)

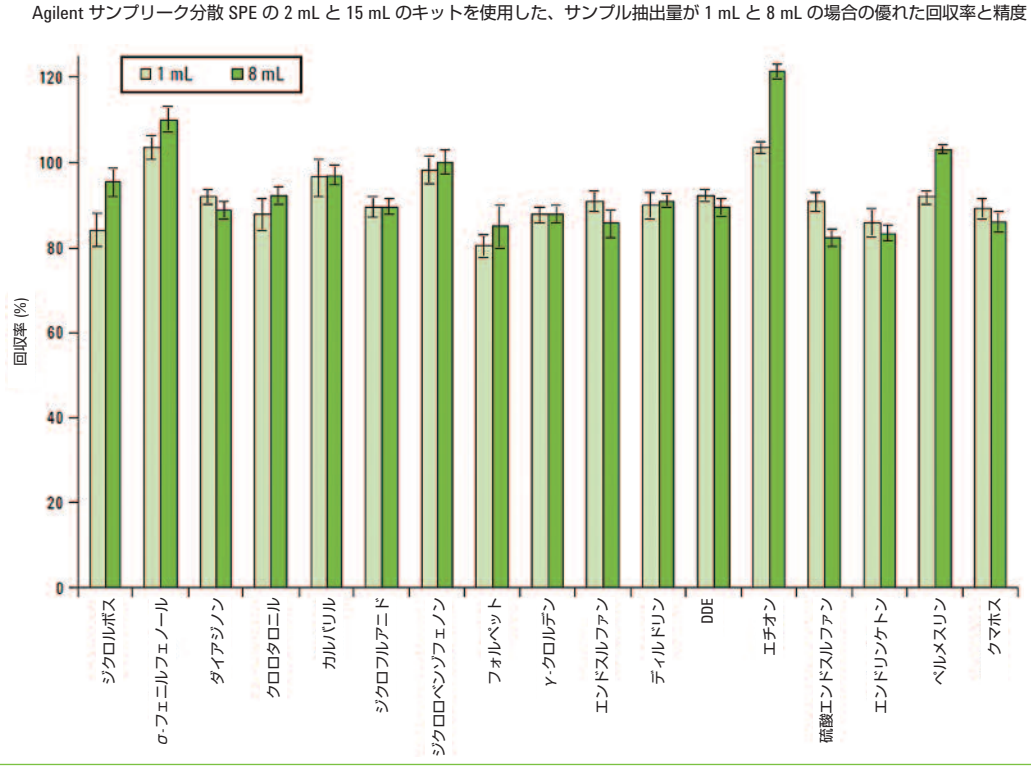


図 3. Agilent サンプリーク分散 SPE の 2 mL と 15 mL のキットを使用した、サンプル抽出量が 1 mL と 8 mL の場合の回収率と精度

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem/jp で 5990-4068JAJP を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC キットを使用したGC/MS による ホウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4305JAJP)

はじめに

本アプリケーションノートでは、QuEChERS (quick (迅速)、easy (簡単)、cheap (低価格)、effective (効果的)、rugged (堅牢)、safe (安全)) AOAC サンプル前処理法を使用した、ホウレン草中に残留する GC で分析可能な 18 種類の農薬残留物の抽出と精製ついて説明します。分散 SPE に含まれるグラファイトカーボンブラック (GCB) により、平面構造を持つ農薬が著しく失われる問題に対処するために、トルエンを添加した修正メソッドを使用しました。ホウレン草抽出液に含まれる標的の農薬の分析には、選択イオンモニタリング (SIM) モードのガスクロマトグラフィ/質量分析法 (GC/MS) を使用しました。

機器設定

GC 条件

注入口:	スプリットレス
注入口ライナ:	ヘリックスダブルテーパ、不活性処理済み (部品番号 5188-5398)
キャリアガス:	ヘリウム
注入口圧力:	実行時 19.6 psi (コンスタントプレッシャーモード)、バックフラッシュ時 1.0 psi
注入口温度:	250 °C
注入量:	1.0 µL
スプリットベントへのパージ流量:	0.75 分で 30 mL/min
オーブン温度プログラム:	70 °C (1 分) ～50 °C /min ～150 °C (0 分) ～6 °C /min ～200 °C (0 分) ～16 °C /min ～280 °C (6 分)
ポストラン:	3 分
キャピラリフローテクノロジー:	Purged Ultimate Union (部品番号 G3186B) -分析カラムと注入口のバックフラッシュに使用
Aux EPC ガス:	Purged Ultimate Union に配管されたヘリウム
Aux EPC 圧力:	実行時 4.0 psi、バックフラッシュ時 80.0 psi
カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム 15 m x 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-431UI)
接続部:	注入口と Purged Ultimate Union の間 (部品番号 G3186B)
リストリクタ:	65 cm x 0.15 mm、0.15 µm DB-5ms ウルトライナート
接続部:	Purged Ultimate Union と MSD の間

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM
イオン源、四重極、トランスファーライン温度	:それぞれ 230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間:	2.30 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

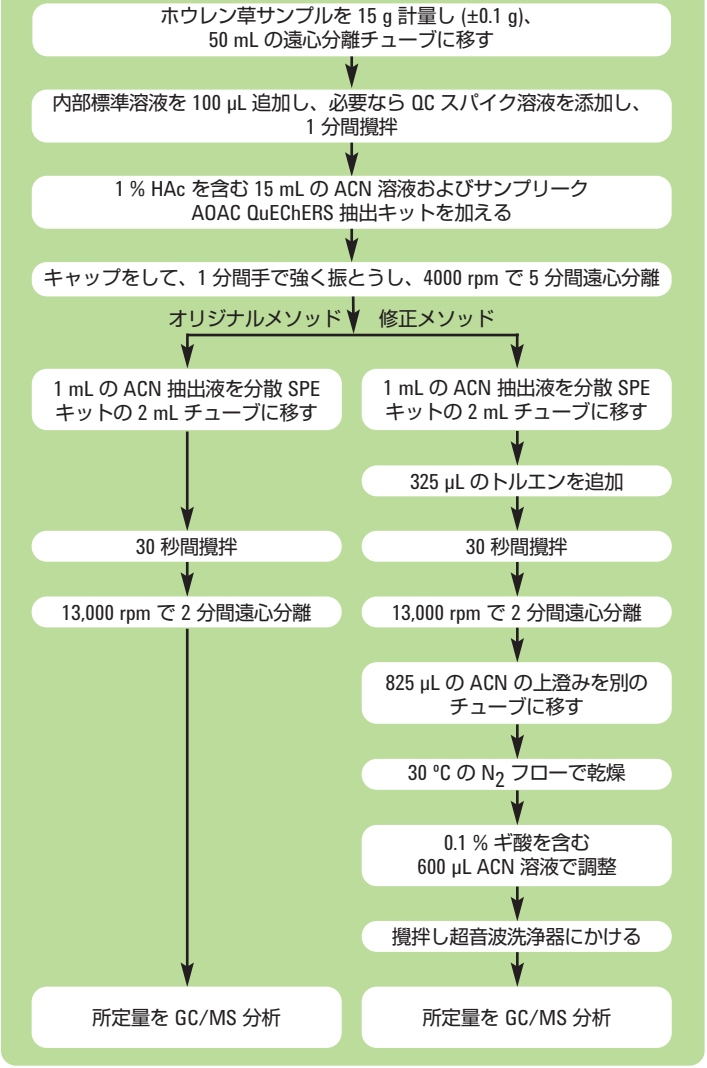


図 1. ホウレン草サンプルについての QuEChERS AOAC 抽出作業のフローチャート (2 mL のサイズのオリジナルの分散 SPE メソッドおよび修正した分散 SPE メソッド)

結果

オリジナルの AOAC 分散メソッドおよび修正した AOAC 分散メソッドを実施した 50 ng/g 添加のホウレン草サンプルの GC/MS クロマトグラム

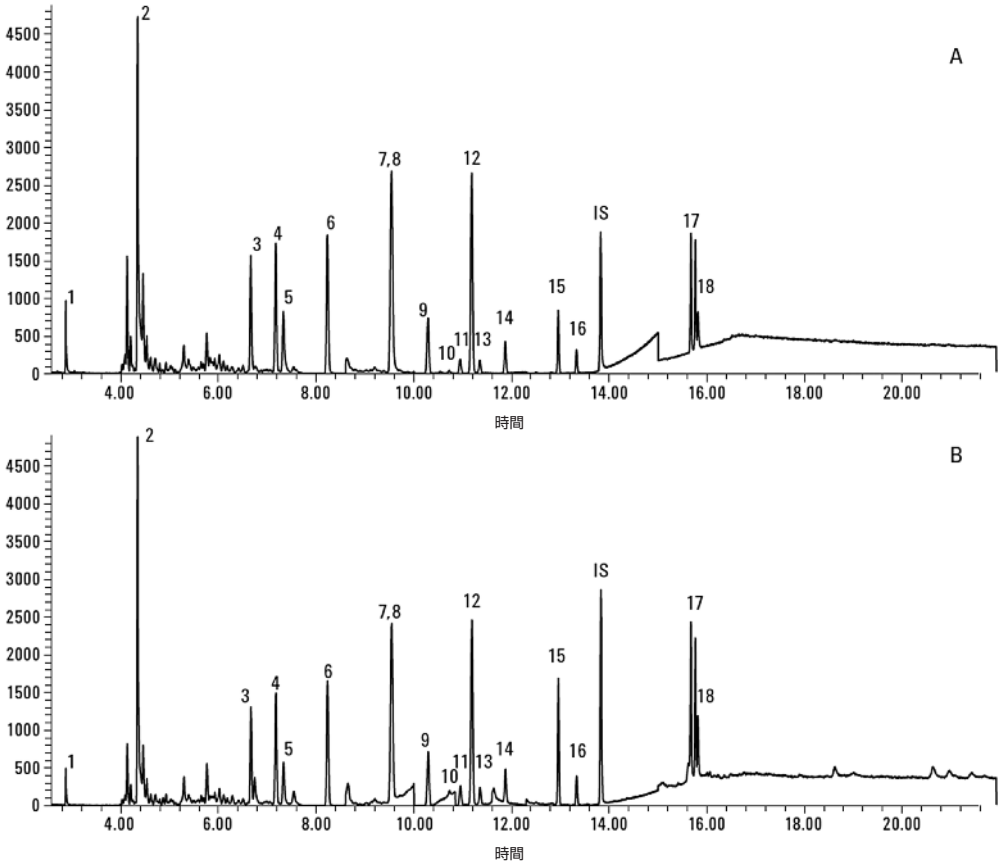
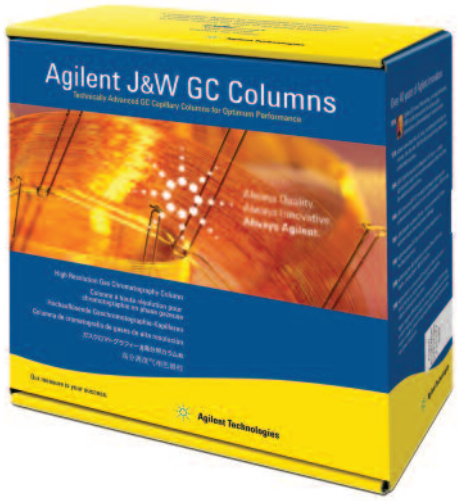


図 2. オリジナルの分散 SPE メソッド (A) および修正した分散 SPE メソッド (B) により処理した 50 ng/g 添加したホウレン草サンプル抽出液の GC/MS クロマトグラム。ピーク同定:1. ジクロルボス、2. o-フェニルフェノール、3. リンデン、4. ダイアジノン、5. クロロタロニル、6. クロルピリホスメチル、7. ジクロロベンゾフェノン、8. クロルピリホス、9. ヘプタクロルエポキシド、10. フォルペット、11. α-クロルデン、12. DDE、13. γ-クロルデン、14. ディルドリン、15. エチオン、16. 硫酸エンドスルファン、17、ペルメスリン、18. クマホス。IS: 内部標準、TPP



農薬	低い QC 濃度 (10 ng/g) 回収率	RSD	中程度の QC 濃度(50 ng/g) 回収率	RSD	高い QC 濃度 (200 ng/g) 回収率	RSD
ジクロルボス	94.0	3.0	91.7	10.5	80.9	4.6
o-フェニルフェノール	95.0	2.2	92.0	7.9	78.7	3.8
リンデン	83.7	3.1	93.9	12.2	91.8	3.3
ダイアジノン	97.3	4.3	95.6	9.9	91.8	3.3
クロロタロニル*	47.5	6.8	44.9	6.6	49.4	4.3
クロルピリホスメチル	74.1	4.6	71.7	4.5	72.2	5.8
ジクロロベンゾフェノン*	97.5	7.6	66.8	3.9	68.8	6.8
クロルピリホス	88.3	3.0	79.6	3.5	77.0	3.5
ヘプタクロルエポキシド	74.9	1.9	81.6	11.7	78.2	3.9
フォルペット*	NA	NA	98.8	6.0	77.7	6.7
γ-クロルデン	106.0	4.9	112.2	3.3	93.6	5.3
DDE	80.3	2.2	86.8	9.6	75.4	3.5
α-クロルデン	107.6	4.2	108.4	3.5	91.6	3.7
ディルドリン	99.7	2.6	93.7	9.6	78.9	3.4
エチオン	91.4	3.4	100.0	5.0	107.4	7.6
硫酸エンドスルファン	93.7	4.8	97.3	8.8	89.8	4.3
ペルメスリン	84.7	5.7	74.8	9.9	84.6	6.0
クマホス*	98.4	5.5	84.2	9.5	81.2	3.2

* 修正した分散 SPE メソッドでの結果

表 1. ホウレン草の AOAC 分散メソッド、1 mL のサンプル量、2 mL のチューブ、LC/MS/MS の結果より

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット
部品番号 5982-5755

Agilentサンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素のある果実および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5222

Agilentサンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素のある果実および野菜用、15 mL、部品番号 5982-5258

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、
15 m x 0.25 mm、0.25 µm、部品番号 19091S-431UI

Agilent Ultimate Union、部品番号 G3186B

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem/jp で 5990-4305JAJP を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC キットを使用した LC/MS/MS 検出による ホウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4248JAJP)

はじめに

本アプリケーションノートでは、QuEChERS (quick (迅速)、easy (簡単)、cheap (低価格)、effective (効果的)、rugged (堅牢)、safe (安全)) AOAC サンプル前処理法を使用した、ホウレン草に残留する代表的な 13 種類の農薬の抽出と精製について説明します。分散 SPE に含まれるグラファイトカーボンブラック (GCB) により、平面構造を持つ農薬が著しく失われる問題に対処するために、トルエンを添加した修正メソッドを使用しました。オリジナルの分散 SPE メソッドと修正した分散 SPE メソッドを組み合わせて、分析対象物すべての回収率と再現性からメソッドを検証しました。

機器設定

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム3.0 mm x 150 mm、3.5 µm (部品番号 959963-312)
流量:	0.3 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 µL
移動相:	A:20:80 MeOH/H_2O 中 5 mM NH_4OAc、pH 5.0 B:ACN 中 5 mM NH_4OAc、pH 5.0
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/isopropyl alcohol (IPA)/H_2O w/0.2% FA.

グラジエント:

時間	% B	流量 (mL/min)
0	20	0.3
0.5	20	0.3
8.0	100	0.3
10.0	100	0.3
10.01	20	0.5
13.0	終了	

ポストラン:	4 分
合計サイクルタイム:	17 分

MS 条件

ポジティブモード	
ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 手順

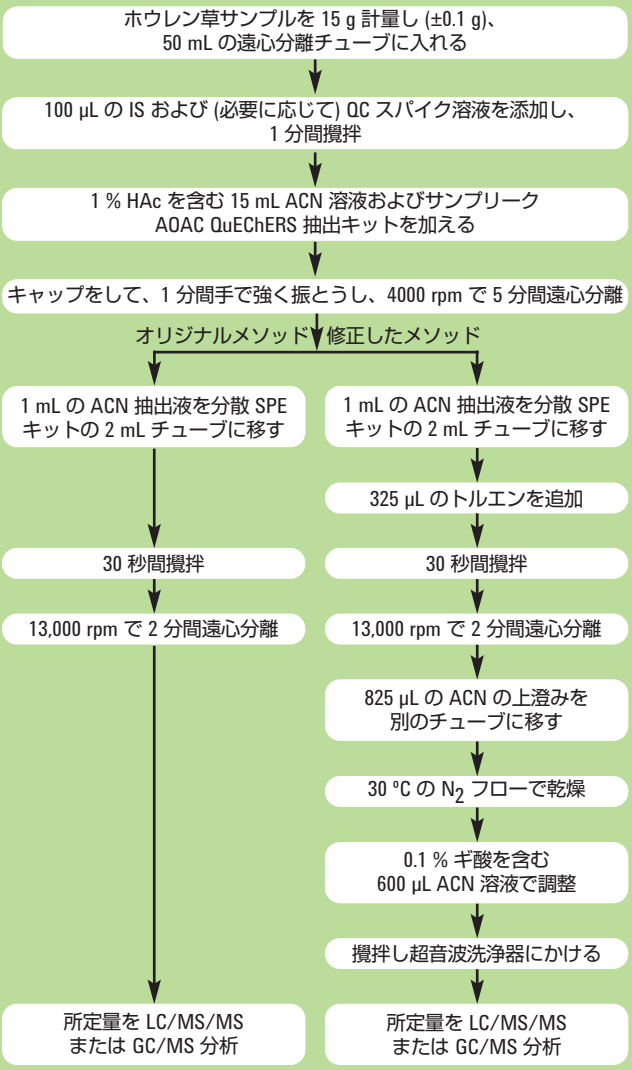


図 1. ホウレン草サンプルについての (2 mL サイズのオリジナルの分散 SPE メソッドおよび修正した分散 SPE メソッド) QuEChERS AOAC 抽出作業のフローチャート

結果

LC/MS/MS クロマトグラムの比較。トルエン添加により平面構造を持つ農薬の回収率が向上する

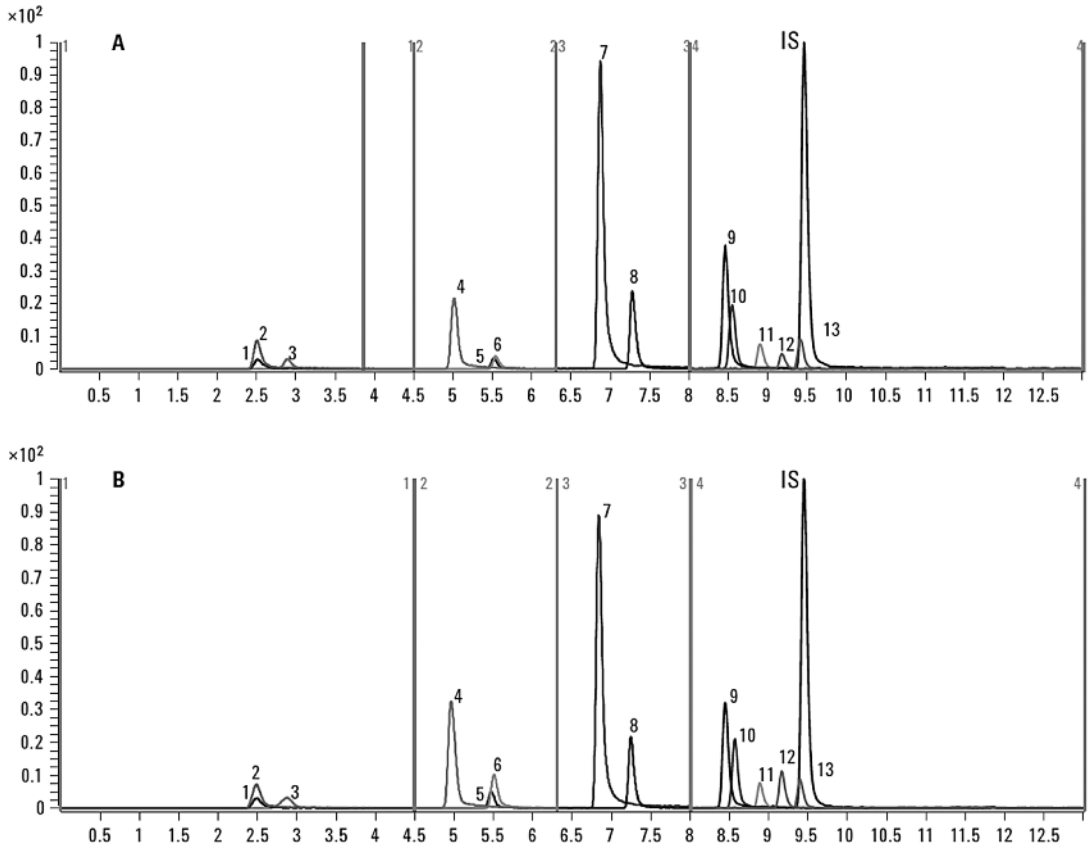
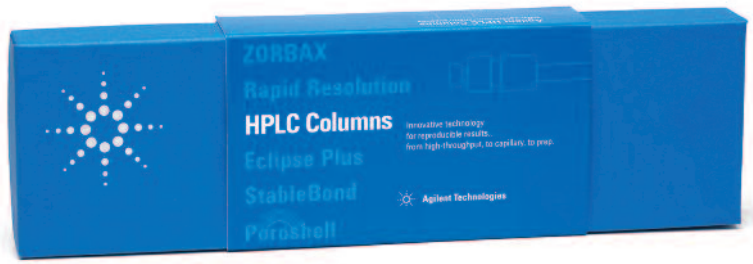


図 2. オリジナルの分散 SPE (A) および修正した分散 SPE (B) により処理した 50 ng/g 添加したホウレン草サンプル抽出液の LC/MS/MS クロマトグラム。ピーク同定:1. メタミドホス、2. アセフェート、3. ピメトロジン、4. カルベンダジム、5. イミダクロプリド、6. チアベンダゾール、7. プロポクスル、8. カルバリル、9. エトプロホス、10. イマザリル、11. ベンコナゾール、12. シプロジニル、13. クレソキシムメチル。IS: 内部標準、TPP



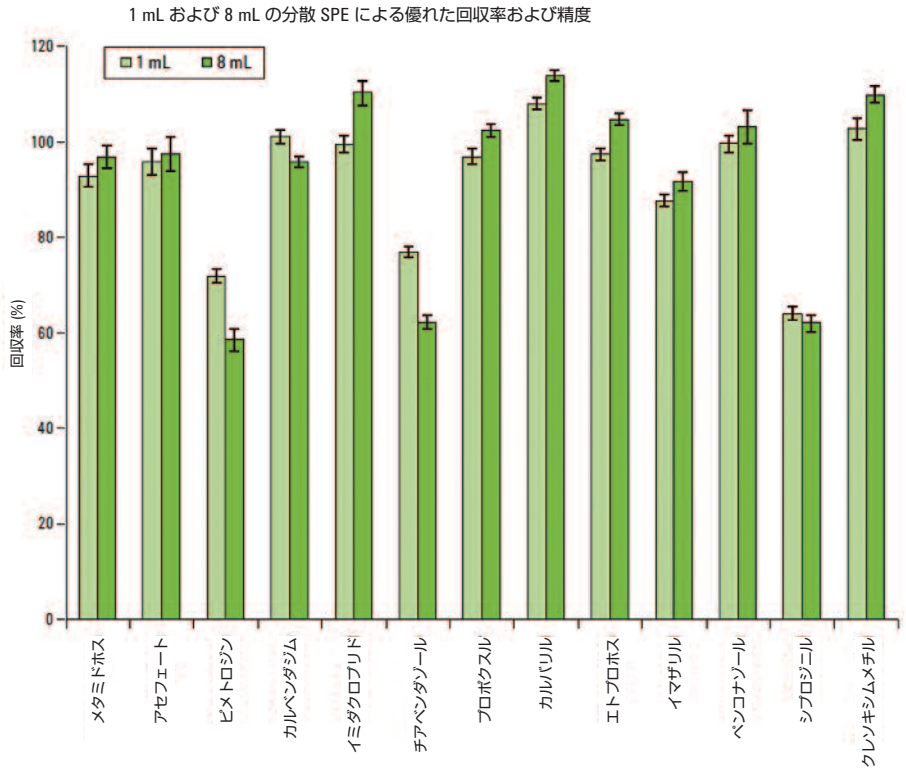


図 3. 1 mL 分散 SPE と 8 mL 分散 SPE の回収率および精度

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット
部品番号 5982-5755

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素のある果実および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5222

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素のある果実および野菜用、15 mL、部品番号 5982-5258

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、3.0 mm x 150 mm、3.5 µm、
部品番号 959963-312

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
awww.agilent.com/chem/jp で 5990-4248JAJP を検索してください。

アプリケーションノート:
グラファイトカーボンを含む Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC キットおよびトルエンを用いたホウレン草中の平面構造を持つ農薬回収率の最適化 (文献番号 5990-4247JAJP)

はじめに

本アプリケーションノートでは、色素の多い果実および野菜用の Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC キットを使用して、ホウレン草中の農薬分析の分散固相抽出 (SPE) の手順でトルエン添加を行った場合の影響について解説します。修正した AOAC メソッドを使用すると、分析困難な 8 種類の農薬の回収率は 50 ～300 % に、RSD は 10 % 未満にそれぞれ大きく向上しました。

QuEChERS 手順

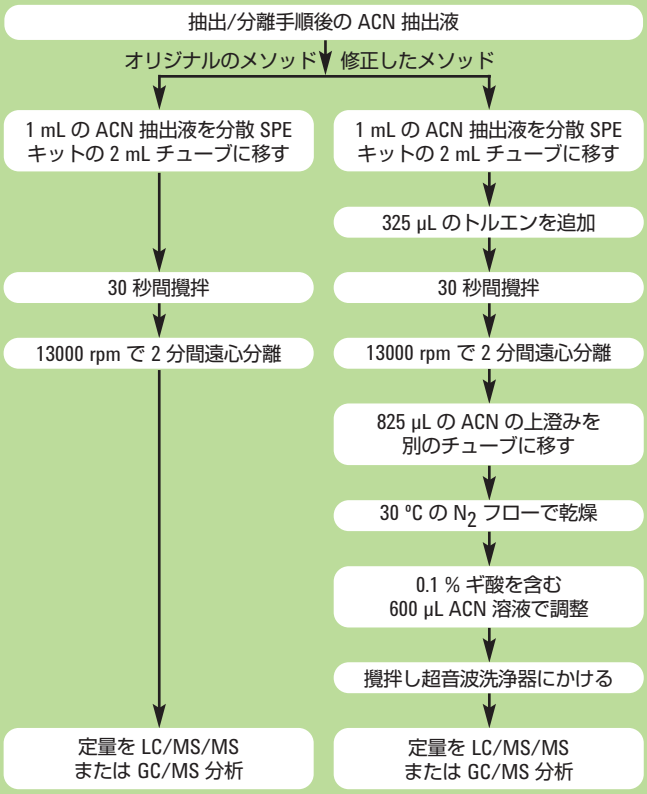


図1. オリジナルのメソッド (トルエンなし) および修正したメソッド (トルエンあり) の分散 SPE 手順

機器設定

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、3.0 x 150 mm、3.5 µm (部品番号 959963-312)
流量:	0.3mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 µL
移動相:	A:20:80 MeOH/H_2O 内の 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0 B:ACN 内の 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H_2O w/0.2% FA.

グラジエント:

時間	% B	流量 (mL/min)
0	20	0.3
0.5	20	0.3
8.0	100	0.3
10.0	100	0.3
10.01	20	0.5
13.0	終了	

ポストラン:	4 分
合計サイクルタイム:	17 分

GC 条件

注入口:	スプリットレス
注入口ライナ:	ヘリックスダブルテーパ、不活性処理済み (部品番号 5188-5398)
キャリアガス:	ヘリウム
注入口圧力:	実行時 19.6 psi (コンスタントプレッシャーモード)、バックフラッシュ時 1.0 psi
注入口温度:	250 °C
注入量:	1.0µL
スプリットベントへのパージ流量:	0.75 分で 30mL/min
オーブン温度プログラム:	70 °C (1 分) ～50 °C /min ～150 °C (0 分)～6 °C /min ～200 °C (0 分) ～16 °C /min～280 °C (6 分)
ポストラン:	3 分
キャピラリフローテクノロジー:	Purged Ultimate Union (部品番号 G3186B) –分析カラムと注入口のバックフラッシュに使用
Aux EPC ガス:	Purged Ultimate Union に配管されたヘリウム
Aux EPC 圧力:	実行時 4.0 psi、バックフラッシュ時 80.0 psi
カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム 15 m x 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-431UI)
接続部:	注入口と Purged Ultimate Union の間 (部品番号 G3186B)
リストリクタ:	65 cm x 0.15 mm、0.15 µm DB-5ms ウルトライナート
接続部:	Purged Ultimate Union と MSD の間

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、 部品番号 5982-5755

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素のある果実および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5222

Agilent サンプリーク QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素のある果実および野菜用、15 mL、部品番号 5982-5258

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、15 m x 0.25 mm x 0.25 µm、部品番号 19091S-431UI

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、15 m x 0.25 mm、0.25 µm、部品番号 959963-312

結果

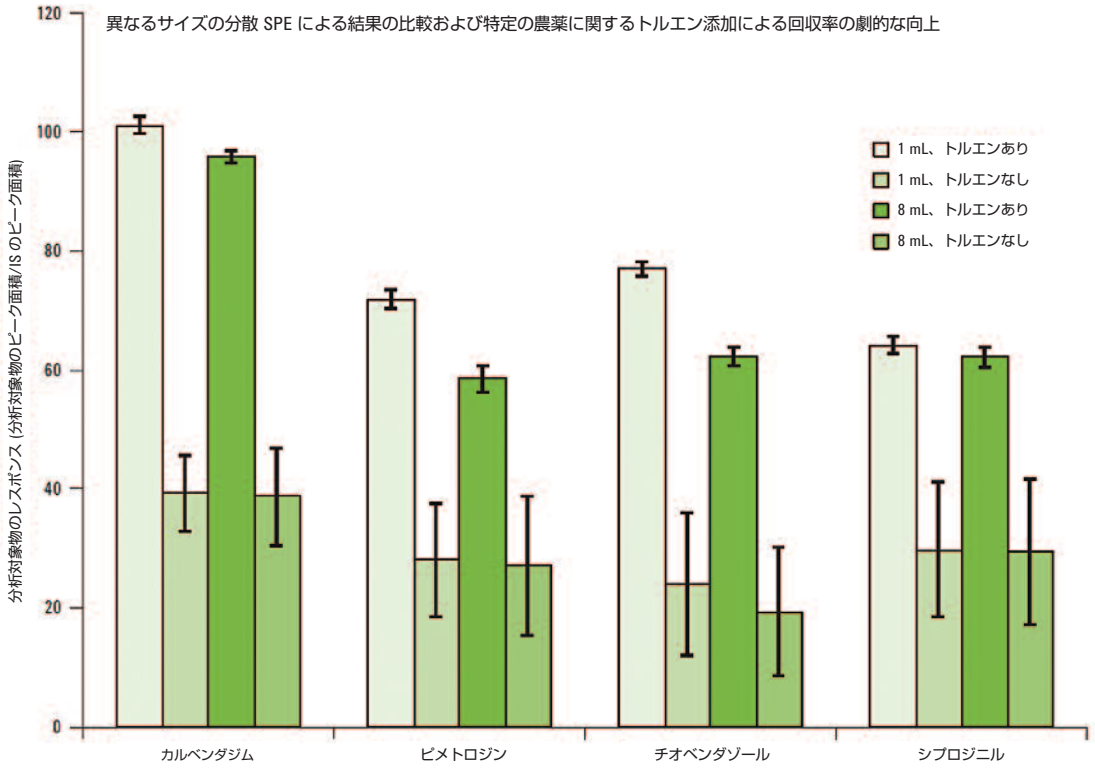


図2. 修正したメソッド (トルエンあり) およびオリジナルのメソッド (トルエンなし) の場合の 1 mL および 8 mL の分散 SPE の結果の比較

分析対象物	オリジナルのメソッド (トルエンなし) 回収率	RSD (n=6)	修正したメソッド (トルエンあり) 回収率	RSD (n=6)	修正したメソッドによる影響	検出方法
カルベンダジム	38.9	14.6	98.5	2.5	ポジティブ	LC/MS/MS
チアベンダゾール	21.8	19.7	69.7	2.7	ポジティブ	LC/MS/MS
ピメトロジン	27.6	21.2	65.2	3.7	ポジティブ	LC/MS/MS
シプロジニル	29.6	23.4	63.1	3.2	ポジティブ	LC/MS/MS
クロロタロニル	21.1	16.4	47.3	5.9	ポジティブ	GC/MS
クマホス	30.1	24.0	87.9	6.1	ポジティブ	GC/MS
ジクロロベンゾフェノン	53.7	4.5	77.7	6.1	ポジティブ	GC/MS
フォルペット	62.0	14.6	88.2	6.3	ポジティブ	GC/MS
ジクロルボス	88.8	6.0	20.4	89.8	非常にネガティブ	GC/MS
o-フェニルフェノール	88.6	4.6	73.7	7.4	わずかにネガティブ	GC/MS
ダイアジノン	94.9	5.9	81.3	4.0	わずかにネガティブ	GC/MS
クロルデン	103.9	4.5	101.3	4.5	なし	GC/MS
ペルメスリン	81.4	7.2	83.3	5.1	なし	GC/MS
アセフェート	95.5	5.6	99.8	4.7	なし	LC/MS/MS
カルバリル	108.0	2.5	109.1	1.9	なし	LC/MS/MS
プロポクスル	97.0	3.19	6.7	2.5	なし	LC/MS/MS

表 1. トルエン添加を実施した場合の修正された分散 SPE による特定の農薬への影響

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem/jp で 5990-4247JAJP を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS キットを用いた LC/MS/MS による ウシ肝臓中残留キノロンの測定 (文献番号 5990-4974EN)

はじめに

ウシ肝臓に含まれる 11 種類のキノロン系抗生物質を測定するメソッドを開発しました。

- Agilent サンプリーク QuEChERS キットを用いて、ウシ肝臓から分析対象化合物を抽出および精製しました。
- 抽出にはサンプリーク EN 抽出キットと 5 % ギ酸 (FA) アセトニトリル溶液を用いました。
- 精製にはサンプリーク分散 SPE キット (部品番号 5982-4921) を使用しました (25 mg C18 および 150 mg $MgSO_4$)。
- 抽出したサンプルを LC/MS/MS で分析しました。
- 定量下限 (LOQ)は 5.0 ng/g でした。
- 検量線は 5.0〜400 ng/g の範囲で直線性が得られました。
- サンプル回収率は 62.0〜113.1 % で、RSD (n=6) 値は 2.2〜13.4 % でした。

機器設定

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、150 mm x 3.0 mm、3.5 µm (部品番号 959963-312)
流量:	0.3 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 µl
移動相:	A) 5mM 酢酸アンモニウム水溶液、pH3.0 B) 1:1 メタノール/アセトニトリル
ポストタイム:	4 分

グラジエント:

時間 (分)	% B	流量 (mL/min)
0	15	0.3
0.2	15	0.3
8.0	75	0.3
9.0	100	0.3
11.5	終了	

MS 条件

極性:	ポジティブ
ガス温度:	325 °C
ガス流量:	8 L/min
ネブライザ:	50 psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 抽出手順

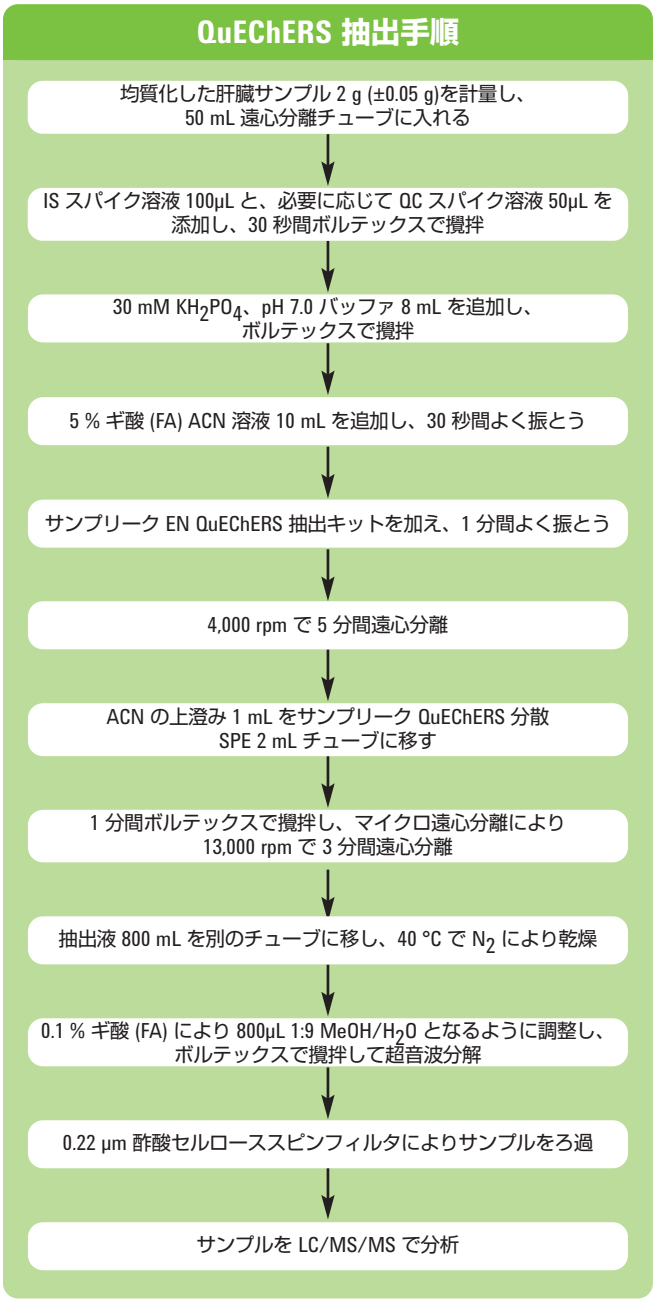


図 1: 抗生物質用のアジレントの QuEChERS フローチャート

結果

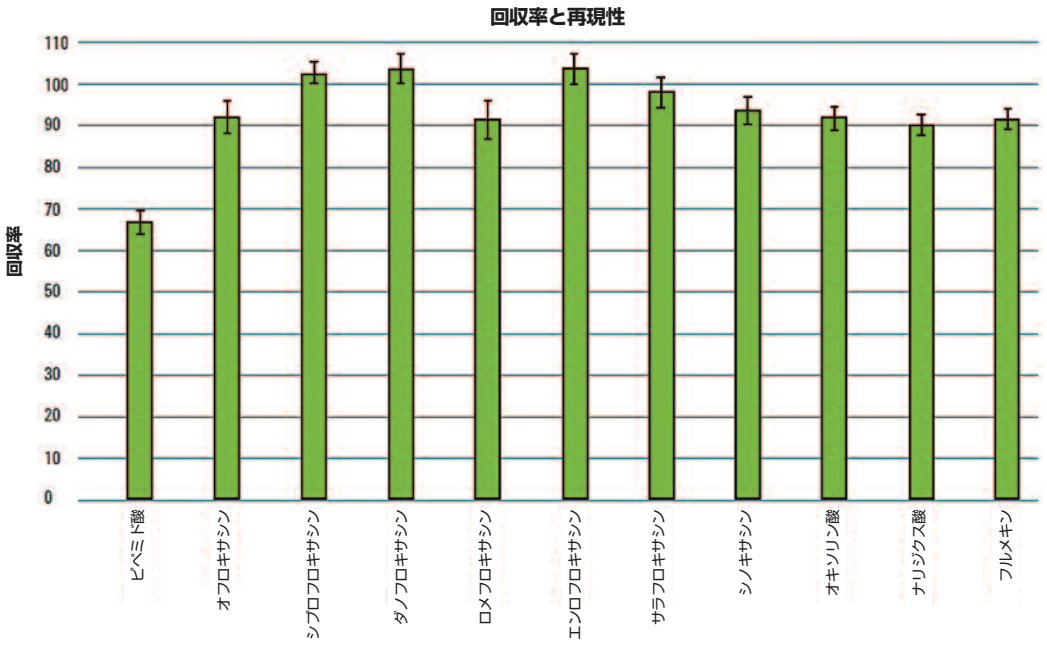


図 2: ウシ肝臓に含まれる 11 種類の抗生物質の回収率

注文情報

Agilent サンプリーク QuEChERS EN 抽出キット、 部品番号 5982-5650

Agilent サンプリーク QuEChERS 分散 SPE キット、 部品番号 5982-4921、5982-4956

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、150 mm x 3.0 mm、3.5 µm、部品番号 959963-312

Agilent スピンフィルタ、0.22 µm 酢酸セルロース、部品番号 5185-5990

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem で 5990-4974EN を検索してください。

アプリケーションノート:
Agilent サンプリーク QuEChERS EN キットを用いた LC/MS/MS による ウシ肝臓中残留スルホンアミドの測定 (文献番号 5990-4975EN)

はじめに

ウシ肝臓に含まれる 9 種類のスルホンアミド系抗生物質を測定するメソッドを開発しました。

- Agilent サンプリーク QuEChERS キットを用いて、ウシ肝臓から分析対象化合物を抽出および精製しました。
- 抽出にはサンプリーク EN 抽出キットと 1 % 酢酸 (AA) アセトニトリル溶液を用いました。
- 精製にはサンプリーク EN 脂質用分散 SPE キット 6 mL (150 mg PSA、150 mg C18、900 mg $MgSO_4$) を使用しました。
- 抽出したサンプルを LC/MS/MS で分析しました。
- 定量下限 (LOQ) は 2.0 ng/g でした。
- 検量線は 2.0〜400 ng/g の範囲で直線性が得られました。
- サンプル回収率は 53.0〜92.8 % で、RSD (n=6) 値は 2.1〜16.8 % でした。

機器設定

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX Eclipse Rapid Resolution HT Plus C18 LC カラム、50 X 3.0 mm、1.8µm (部品番号 959941-302)
流量:	0.3 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 µl
移動相:	A) 5mM 酢酸アンモニウム水溶液、pH3.0 B) 1:1 メタノール/アセトニトリル
ポストタイム:	3.5 分

グラジエント:

時間 (分)	% B	流量 (mL/min)
0	15	0.3
0.2	15	0.3
6.0	60	0.3
6.01	100	0.3
7.0	終了	

MS 条件

極性:	ポジティブ
ガス温度:	325 °C
ガス流量:	8 L/min
ネブライザ:	50 psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 抽出手順

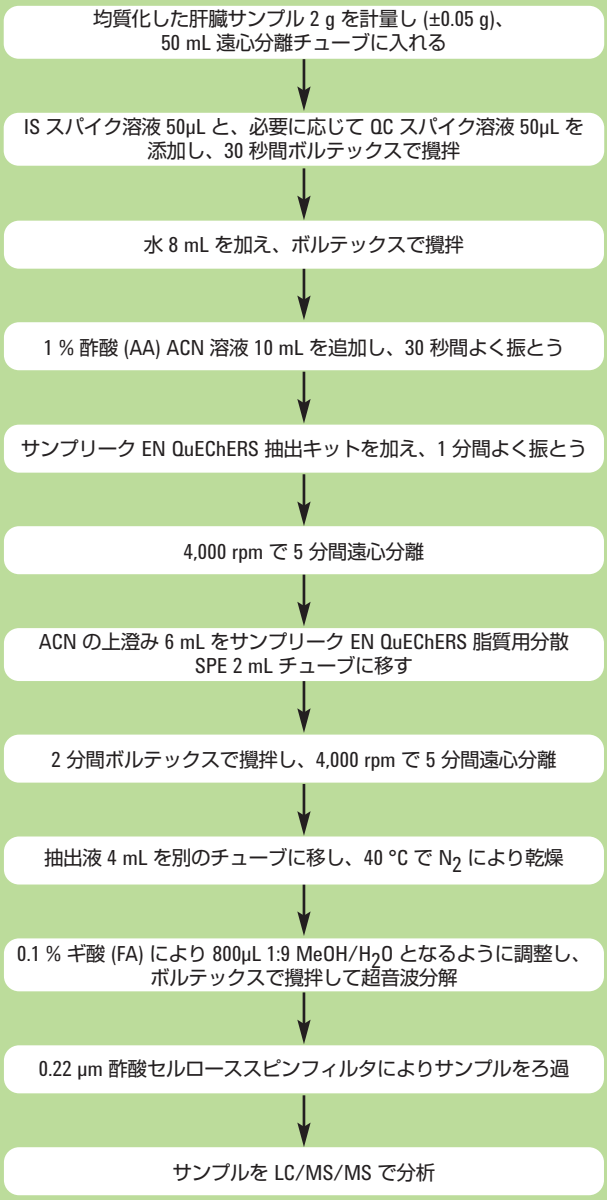


図 1:アジレントの QuEChERS 手順のフローチャート

注文情報

gilent サンプリーク QuEChERS EN 抽出キット、 部品番号 5982-5650

AgilAgilent サンプリーク QuEChERS EN 脂質用分散 SPE キット、 部品番号 5982-5156

Agilent ZORBAX Eclipse Rapid Resolution HT Plus C18 LC カラム、 50 X 3.0 mm、1.8 µm、部品番号 959941-302

Agilent スピンフィルタ、0.22 µm 酢酸セルロース、部品番号 5185-5990

結果

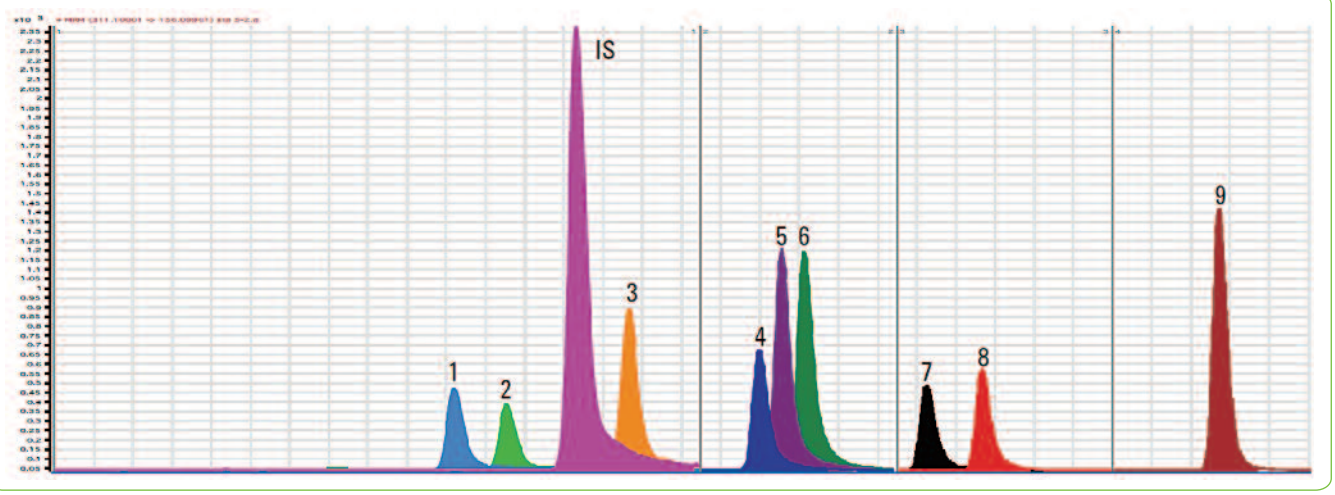


図 2. 100 ng/g 添加肝臓抽出液の LC/MS/MS クロマトグラム。ピーク番号: 1. スルファジアジン、2. スルファチアゾール、3. スルファメラジン、4. スルファメチゾール、5. スルファメタジン、6. スルファメトキシピリダジン、7. スルファクロロピリダジン、8. スルファメトキサゾール、9. スルファジメトキシン、IS (内部標準)

化合物	低 QC (5 ng/g)		中 QC (100 ng/g)		高 QC (400 ng/g)	
	回収率	RSD	回収率	RSD	回収率	RSD
スルファジアジン	73.9	15.6	90.0	13.7	81.9	5.3
スルファチアゾール	62.9	16.8	75.3	8.4	67.9	5.8
スルファメラジン	77.6	11.5	92.8	6.6	82.0	4.2
スルファメチゾール	62.8	4.7	60.7	6.5	53.0	2.1
スルファメタジン	87.4	6.9	90.0	10.7	83.4	3.4
スルファメトキシピリダジン	81.8	9.4	84.8	8.1	76.4	2.9
スルファクロロピリダジン	84.2	10.0	78.6	6.3	73.8	3.6
スルファメトキサゾール	85.9	7.6	82.3	5.9	78.1	3.3
スルファジメトキシン	77.8	8.4	80.9	4.9	75.6	3.3

表 1. 定量結果 – 回収率と再現性 (n=6)

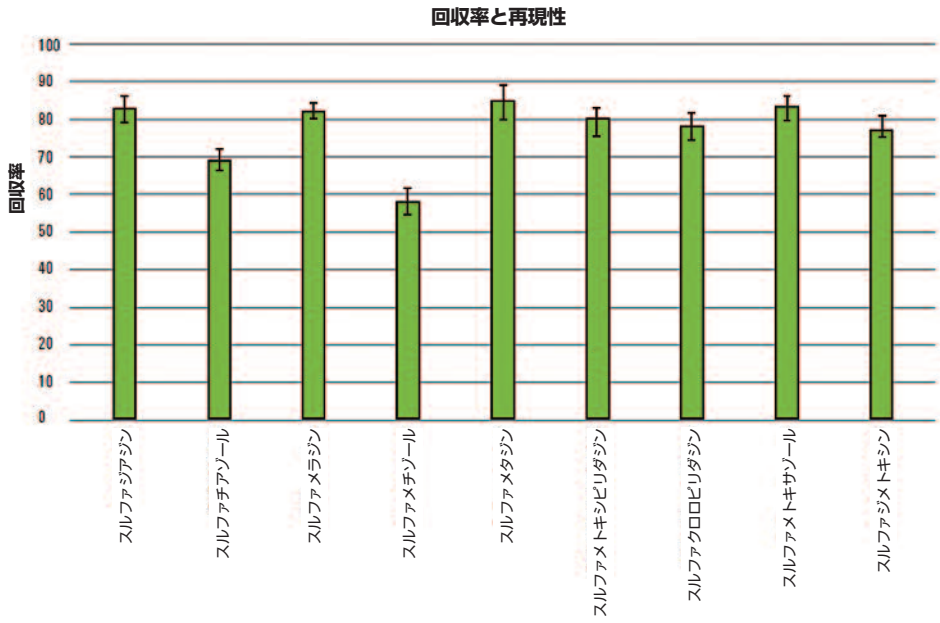


図 3: ウシ肝臓に含まれる 9 種類のスルホンアミドの回収率と再現性

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、
www.agilent.com/chem で 5990-4975EN を検索してください。

Agilent サンプリーク SPE – ラボをサポートする幅広いサンプル前処理製品

チューブ、バイアルホルダなど、さまざまな追加消耗品もご用意しています。

アジレントではクロマトグラフィの信頼性を高める各種の消耗品を取り揃えています。詳しくは、『カラム分析器部品カタログ (資料番号: 5989-9611JAJP)』をご覧ください。カタログのご請求は、担当営業あるいはカストマコンタクトセンタまでお願いします。

QuEChERS キットは、Agilent サンプリーク SPE 製品の一つです。アジレントのサンプリーク SPE 製品は、厳密な ISO-9001 基準に沿って、性能に定評のある ZORBAX HPLC カラム充填材に用いられているものと同じプロセスで米国で製造されています。サンプリーク SPE 製品は、クロマトグラフィ機器やカラム、補用品の業界最大手メーカーであるアジレントならではの品質と性能を備えています。

- 豊富な SPE アプリケーション文献
- 複数のカートリッジサイズから 96 ウェルプレートまで、幅広い形式のポリマー、シリカ、およびその他の吸着剤を用意
- 単量体結合よりも優れた安定性を備え、幅広い溶媒にも対応できる三官能性シリカ結合
- 一貫した粒子サイズを保証し、優れた通液性とパフォーマンスを実現する業界最高の品質管理プロセス
- あらゆる SPE のニーズに応える幅広い真空マニホールドとアクセサリ

QuEChERS 標準操作手順のライブデモ (英語) を **www.agilent.com/chem/quechersdemo1** でご覧いただけます。

QuEChERS メソッドについては、ホームページでもご紹介しています。

Agilent サンプリーク SPE 製品:
www.agilent.com/chem/jp

カストマコンタクトセンタ
0120-477-111

本文書に記載の情報は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2010
Printed in Japan, February 9, 2010
5990-3562JAJP

Agilent Technologies